

**ÇİNKO OKSİT İNCE FİLMİN
PYROELEKTRİKLİK ÖZELLİĞİ ÜZERİNDE
ALT TAŞ MATERYALİN ETKİSİ**

**Kenan ÇİÇEK
Y.Lisans Tezi**

**Elektrik ve Elektronik Mühendisliği Anabilim Dalı
Yrd. Doç. Dr. Tevhit KARACALI
2011
Her hakkı saklıdır**

**ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

Y.LİSANS TEZİ

**ÇİNKO OKSİT İNCE FİLMİN PYROELEKTRİKLİK ÖZELLİĞİ
ÜZERİNDE ALT TAŞ MATERYALİN ETKİSİ**

Kenan ÇİÇEK

ELEKTRİK ve ELEKTRONİK MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

**ERZURUM
2011
Her hakkı saklıdır.**



T.C.
ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ





TEZ ONAY FORMU

Çinko Oksid İnce Filminin Pyroelektriklik Özelliği Üzerinde Alt Taş Materyalin Etkisi

Tevhit KARACALI danışmanlığında, Kenan ÇİÇEK tarafından hazırlanan bu çalışma 26.06.2011 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Elektrik ve Elektronik Mühendisliği Anabilim Dalı'nda yüksek lisans tezi olarak oybirliği/oy çokluğu (.../...) ile kabul edilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. Hasan F. Fezalı İmza : 

Üye : Yrd. Doç. Dr. Ferhat Bulbul İmza : 

Üye : Yrd. Doç. Dr. Tevhit Karacalı İmza : 

(imza)

Yukarıdaki sonucu onaylıyorum
Enstitü Müdürü
Prof. Dr. Ömer AKBULUT

Bu çalışma BAP projeleri kapsamında desteklenmiştir.
Proje No: 2009/260

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaklardan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak olarak kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

ÇİNKO OKSİT İNCE FİLMİN PYROELEKTRİKLİK ÖZELLİĞİ ÜZERİNDE ALT TAŞ MATERYALİN ETKİSİ

Kenan ÇİÇEK

Atatürk Üniversitesi
Mühendislik Fakültesi
Elektrik ve Elektronik Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Tevhit KARACALI

Bu çalışmada ZnO'nun çeşitli alt taşlar üzerinde büyütülmesi ile elde edilen ince filmlerin payroelektrik özellikleri incelenmiştir. Farklı alt taşlar üzerinde, ZnO ince filmlerinin kristalleşmesinin alt taş seçimine bağlılığı incelenmiştir. Kristalleşme ve yüzey morfolojisi XRD, AFM, optik geçirgenlik, soğurma ve SEM ölçümleri yardımı ile yapılmıştır. Çalışmanın sonunda Si, SiO₂ ve gözenekli-Si alt taşlar üstüne Ni/ZnO/Ni yapısı oluşturularak ZnO'nun payroelektrik özellikleri araştırılmıştır. Elde edilen sonuçlarda ise tüm alt taşlar üzerine büyütülen ZnO ince filmlerinin payroelektrik özellik taşıdığı gözlemlenmiştir.

2011, 101 sayfa

Anahtar Kelimeler: ZnO, Payroelektrik, Piezoelektrik.

ABSTRACT

MS Thesis

THE EFFECT OF SUBSTRATE MATERIAL ON PYROELECTRIC PROPERTY OF ZINC OXIDE

Kenan ÇİÇEK

Atatürk University
Faculty of Engineering
Department of Electric and Electronic Engineering

Supervisor: Asst. Prof. Dr. Tevhit KARACALI

In this study we investigated pyroelectric properties of ZnO which is grown on different substrate materials. And we observed the changes in the ZnO thin film which are depend on substrate materials. These observations were done with the help of XRD, AFM, Reflectans, Absorbans and SEM. At the end of the our study we created Ni/ZnO/Ni complex on Si, SiO₂ and Gözenekli-Si. Than we measured pyroelectric properties of these samples. According to the results it is investigated that all ZnO thin films have pyroelectric properties.

2011, 101 pages

Keywords: ZnO, Pyroelectric, Piezoelectric.

TEŐEKKÜR

Yüksek lisans tezi olarak sunduđum bu alıŐma; Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Elektrik Elektronik Mühendisliđi Bölümü ve Ardahan Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Elektrik Elektronik Mühendisliđi bölümünde yapılmıŐtır.

Tezimin her türlü evresinde bana hiçbir desteđini esirgemeyen ve sabırla bana katlanan çok deđerli hocam Sayın Yrd. Do.Dr. Tevhit KARACALI'ya en içten teŐekkürlerimi sunarım.

Laboratuar alıŐmalarım boyunca bana yardımcı olan ve her türlü sorularıma sabırla ve özenle cevap veren alak gönüllü, sevecen ve dahi hocam Sayın Prof. Dr. Hasan EFEOĐLU'na çok teŐekkür ederim.

Her türlü desteđini benden esirgemeyen arkadaşım Sayın ArŐ. Gör. Yunus BABACAN'a çok teŐekkür ederim.

Bana verdikleri desteklerinden ve cesarettten ötürü aileme ve özellikle ablam Nuran AĐLAR' a çok teŐekkür ederim.

Kenan İEK,

Haziran 2011

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ	xii
1. GİRİŞ	1
1.1. Çalışmanın Amacı	1
1.2. Akıllı Malzemelerin Tarihsel gelişimi	1
1.3. Daha Önceki Çalışmalar	5
2. KURAMSAL TEMELLER	12
2.1. Çinko Oksit (ZnO) ve İnce Film Büyütme Teknikleri	12
2.1.1. Çinko oksit	12
2.1.2. Çinko	13
2.1.3 Oksijen	14
2.1.4. Alt taş	15
2.1.5. İnce film büyütme teknikleri	16
2.1.5.a. Kimyasal buhar fazından biriktirme tekniği (CVD)	16
2.1.5.b. Moleküler şua tekniği (MBE)	17
2.1.5.c. Metal organik buhar fazında biriktirme (MOVPE)	18
2.1.5.d. Metal organik kimyasal buhar biriktirme (MOCVD)	20
2.1.5.e. Sıçratma (sputter) yığma	21
2.1.5.f. Darbeli lazer ile yığma (PLD)	22
2.1.5.g. Sol-Jel ile kaplama	24
2.2. Piezoelektrik ve Payroelektrik Özellikler	25
2.2.1. Dielektrik	25
2.2.2. Piezoelektrik	26
2.2.2.a. Elektriksel tepki	30
2.2.2.b. Mekanik tepki	31
2.2.2.c. Piezoelektrik filmin özellikleri	31

2.2.2.d. Piezoelektrik uygulamalar	34
2.2.3. Payroelektrik	36
2.2.3.a. Payroelektrik katsayısının ölçülmesi	41
2.2.3.b. Payroelektrik uygulamalar	42
2.2.4. Ferroelektrik	43
2.3. Dielektriklerin Polarizasyon Mekanizmaları	47
2.3.1. İyonik polarizasyon (atomik polarizasyon)	47
2.3.2. Elektronik polarizasyon	48
2.3.3. Yönelimsel polarizasyon	50
3. MATERYAL ve YÖNTEM	52
3.1. Fabrikasyon Sistemleri	52
3.1.1. Sıçratma ve buharlaştırma sistemi.....	52
3.1.2. Tavlama fırını.....	53
3.1.3. Elektrokimyasal dağlama sistemi.....	54
3.2. Karakterizasyon Sistemleri.....	55
3.2.1. Taramalı elektron mikroskop (SEM)	55
3.2.2. X-ışını kırınımı (XRD)	57
3.2.3. Atomik kuvvet mikroskobu (AFM)	59
3.2.4. Enerji dağılımlı X-ışını analiz (EDX)	61
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA	62
4.1. Cam Üzerine Kaplama	62
4.1.1. Cam numunelerin XRD analizleri.....	63
4.1.2. Numunelerin optik geçirgenlik ölçümleri.	68
4.2. Si, SiO ₂ ve Gözenekli-Si Alt Taşları Üzerine Büyütülen Numuneler	76
4.2.1. SiO ₂ ve gözenekli silisyum alt taş oluşturulması	76
4.2.2. Si, SiO ₂ ve gözenekli-Si alt taşlı numunelerin XRD analizleri	77
4.3. Numunelerin AFM Analizleri	82
4.4. Numunelerin SEM Görüntüleri ve EDX Ölçümleri	87
4.5. Numunelerin Fabrikasyon Aşama Görüntüleri.....	91
4.6. Aygıtların payroelektrik ölçümleri.....	93
5. SONUÇ	98
KAYNAKLAR	99

ÖZGEÇMİŞ.....	102
---------------	-----

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

C	Kapasite
D	Dielektrik uzanım
d	Kalınlık
d_{xx}	Piezo gerilme katsayısı
e_{33}	Piezoelektrik etki
E	Elektrik alan
E_g	Yasak enerji aralığı
g_{xx}	Piezo basınç katsayısı
Ke_{ff}	Kaplin katsayısı
i	Akım
n	İndis
r	Mesafe
P	Polarizasyon
P_s	Kendiliğinden Polarizasyon
$P_{induced}$	Uyarılmış polarizasyon
p	Payroelektrik katsayısı
T	Sıcaklık
T_c	Curie sıcaklığı
t	Zaman
V	Gerilim
$V_{peak\ to\ peak}$	Tepeden tepeye gerilim değeri
Y	Young modülü
Z_0	Akustik empedans
q	Yük
μ	Momentum

Kısaltmalar

AFM	Atomik Kuvvet Mikroskobu (Atomic force microscopy)
BAW	Bulk Acoustic Wave
EDX	Energy-Dispersive X-ray (Enerji dağılımlı X-ışını)
R.f	Radyo frekansı
SAW	Surface Acoustic Wave
SEM	Taramalı Elektron Mikroskop (Scanning electron microscope)
SiC	Silisyum Karbür
UV	Ultra Viole
XRD	X-Ray Diffraction

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. ZnO peak dağılım yoğunlukları	8
Şekil 2.1. Çinko oksit görünümü ve zinkblend yapısı.....	12
Şekil 2.2. CVD	16
Şekil 2.3. CVD sistem içinde ince filmin büyüme mekanizması.....	17
Şekil 2.4. MBE cihazı.....	17
Şekil 2.5. MBE Sistem kesiti	18
Şekil 2.6. MOVPE.....	19
Şekil 2.7. MOVPE Sistem kesiti.	19
Şekil 2.8. MOCVD.....	20
Şekil 2.9. MOCVD Sistem kesiti	21
Şekil 2.10. Sıçratma cihazı.....	21
Şekil 2.11. Sıçratma Sistem kesiti	22
Şekil 2.12. PLD sistem kesiti	23
Şekil 2.13. PLD	23
Şekil 2.14. Sol-Jel yöntemi	24
Şekil 2.15. Dielektrik tablo	25
Şekil 2.16. Piezoelektrik Etki	26
Şekil 2.17. Kristal yapısı	27
Şekil 2.18. Momentum Oluşumu	27
Şekil 2.19. Merkezi simetri	28
Şekil 2.20. Piezoelektrik malzemeye elektriksel etki.....	28
Şekil 2.21. Kendiliğinden polarizasyon	29
Şekil 2.22. Mekaniksel-Elektriksel etki.....	30
Şekil 2.23. Piezoelektrik kristal.....	32
Şekil 2.24. PVDF filminin tipik kızılötesi soğurma spektrumu.....	37
Şekil 2.25. Kendiliğinden polarizasyon	38
Şekil 2.26. Payroelektrikliğin sıcaklıkla değişimi	39
Şekil 2.27. Payroelektrik katsayısı ölçüm devresi	41
Şekil 2.28. Curie sıcaklığının malzemeye etkisi	45
Şekil 2.29. Malzemenin farklı fazlardaki kristal yapıları	45
Şekil 2.30. Ferroelektrik histerisiz döngü.....	46
Şekil 2.31. İyonik polarizasyon.....	48
Şekil 2.32. Çekirdek	48
Şekil 2.33. Elektrik alana maruz kalan atom.....	49
Şekil 2.34. Dipol moment oluşumu	49
Şekil 2.35. Dipol	50
Şekil 2.36. Toplam dipol momenti	50
Şekil 2.37. Malzemeye elektrik alan uygulanması	51
Şekil 2.38. Kalıcı polarizasyon	51

Şekil 3.1. Sıçratma cihazı	52
Şekil 3.2. Tavlama fırını	53
Şekil 3.3. Elektrokimyasal dađlama sistemi	54
Şekil 3.4. SEM cihazı	55
Şekil 3.5. XRD cihazı	58
Şekil 3.6. XRD kırınım mekanizması.....	58
Şekil 3.7. AFM manivelası	59
Şekil 3.8. AFM cihazı	60
Şekil 3.9. AFM çalışma mantığı.....	61
Şekil 4.1. Cam referans	63
Şekil 4.2. SPT209 numunesinin tavlınmamış, 300°C ve 400°C’de tavlanmış numuneleri.....	63
Şekil 4.3. SPT210 numunesinin tavlınmamış, 300°C ve 400°C’de tavlanmış numuneleri.....	64
Şekil 4.4. SPT211 numunesinin tavlınmamış, 300°C ve 400°C’de tavlanmış numuneleri	64
Şekil 4.5. SPT212 numunesinin tavlınmamış, 300°C ve 400°C’de tavlanmış numuneleri	65
Şekil 4.6. SPT213 numunesinin tavlınmamış, 300°C ve 400°C’de tavlanmış numuneleri.	65
Şekil 4.8. Tavlınmamış cam alt taşlı numuneler.....	66
Şekil 4.7. 300°C tavlınmış cam alt taşlı numuneler	66
Şekil 4.9. 400°C tavlınmış cam alt taşlı numuneler	67
Şekil 4.10. SPT 209 α^2 ’ye karşılık enerji grafiđi	68
Şekil 4.11. 300°C’de tavlınan SPT209 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiđi.....	68
Şekil 4.12. 400°C’de tavlınan SPT209 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiđi.....	69
Şekil 4.13. SPT 210 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiđi	69
Şekil 4.14. 300°C’de tavlınan SPT210 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiđi	70
Şekil 4.15. 400°C’de tavlınan SPT210 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiđi	70
Şekil 4.16. SPT211 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiđi.....	71
Şekil 4.17. 300°C’de tavlınan SPT211 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiđi.....	71
Şekil 4.18. 400°C’de tavlınan SPT211 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiđi.....	72
Şekil 4.19. SPT212 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiđi.....	72
Şekil 4.20. 300°C’de tavlınan SPT212 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiđi.....	73
Şekil 4.21. 400°C’de tavlınan SPT212 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiđi.....	73
Şekil 4.22. SPT213 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiđi.....	74
Şekil 4.23. 300°C’de tavlınan SPT213 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiđi.....	74
Şekil 4.24. 400°C’de tavlınan SPT213 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiđi	75
Şekil 4.25. SiO ₂ -Si numunesinin XRD spektrumu.....	77
Şekil 4.26. Tavlınmamış SPT215-Si numunesinin XRD spektrumu.....	78
Şekil 4.27. Tavlınmamış SPT215-SiO ₂ numunesinin XRD spektrumu.....	78

Şekil 4.28. Tavlanmamış SPT218-Gözenekli Si numunesinin XRD spektrumu	79
Şekil 4.29. Tavlanmış SPT215-Si numunesinin XRD spektrumu	79
Şekil 4.30. Tavlanmış SPT215-SiO ₂ numunesinin XRD spektrumu	80
Şekil 4.31. Tavlanmış SPT218-Gözenekli Si numunesinin XRD spektrumu.....	80
Şekil 4.32. Cam taban malzemenin AFM görüntüsü.....	82
Şekil 4.33. Si-SiO ₂ numunesinin AFM görüntüsü.....	83
Şekil 4.34. 400°C tavlanmış SPT209 numunesinin AFM görüntüsü	83
Şekil 4.35. Tavlanmamış SPT215-Si numunesinin AFM görüntüsü	84
Şekil 4.36. 600°C tavlanmış SPT215-Si numunesinin AFM görüntüsü.....	84
Şekil 4.37. 600°C tavlanmış SPT215-SiO ₂ numunesinin AFM görüntüsü	85
Şekil 4.38. Tavlanmamış SPT 218 numunesinin AFM görüntüsü.....	85
Şekil 4.39. 200-600°C’de tavlanmış SPT218 numunesi.....	86
Şekil 4.40. 200-600°C’de tavlanmış SPT218 numunesi	87
Şekil 4.41. 200-600°C’de tavlanmış SPT215 (Si) numunesi	87
Şekil 4.42. SPT215 (SiO ₂) numunesinin aygıt hali	88
Şekil 4.43. Gözenekli Si numunesinin gözenekli bölgesindeki EDX spektrumu	89
Şekil 4.44. Gözenekli Si numunesinin ZnO bölgesindeki EDX spektrumu	89
Şekil 4.45. 200-600°C’de tavlanmış SPT 215 (Si) numunesinin EDX spektrumu ...	90
Şekil 4.46. SPT215 (SiO ₂) aygıt halindeki numunenin EDX spektrumu	90
Şekil 4.47. Gözenekli Si numuneleri	91
Şekil 4.48. Si ve SiO ₂ numuneleri.....	92
Şekil 4.49. Cam numune	92
Şekil 4.50. Gözenekli-Si, tavlanmış gözenekli-Si, Si ve SiO ₂ alt taşlı aygıtların metalizasyon sonrası görüntüleri.....	92
Şekil 4.51. Payroelektrik dedektör yapısı	93
Şekil 4.52. Payroelektrik ölçüm sistemi	93
Şekil 4.53. Gözenekli silisyum tabanlı aygıt.....	94
Şekil 4.54. Gözenekli silisyum tabanlı aygıt (negatif sinyal)	95
Şekil 4.55. Tavlanmış gözenekli silisyum tabanlı aygıt	95
Şekil 4.56. Tavlanmış gözenekli silisyum tabanlı aygıt (negatif sinyal).....	96
Şekil 4.57. SiO ₂ tabanlı aygıt	96
Şekil 4.58. SiO ₂ tabanlı aygıt (negatif sinyal)	97
Şekil 4.59. Si tabanlı aygıt	97

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Çinko atomunun yapısı ve temel özellikleri	13
Çizelge 2.2. Oksijen atomunun yapısı ve temel özellikleri	14
Çizelge 2.3. Piezo filmin tipik özellikleri	33
Çizelge 2.4. Piezoelektrik malzemelerin karşılaştırılması	34
Çizelge 2.5. Piezoelektrik malzemelerin uygulamaları ve tasarımları	35
Çizelge 2.6. Bazı malzemelerin piezoelektrik katsayıları	37
Çizelge 4.1. Numune parametreleri	62
Çizelge 4.2. Optik geçirgenlik ölçümlerinden elde edilen yasak enerji aralığı değerleri	76
Çizelge 4.3. İnce film kalınlıkları	81
Çizelge 4.4. AFM pürüzlülük değerleri	86

1.GİRİŞ

1.1 Çalışmanın Amacı

Bu çalışmada; Çinko oksit (ZnO) ince filminin kristalleşmesi ve payroelektrik özelliğinin alt taş malzemesine bağımlılığı incelendi. Farklı taban malzemeler üzerinde büyütülen çinko oksit ince filmi farklı sıcaklıklarda tavlanarak araştırıldı. Elde edilen ZnO ince film numuneleri XRD, AFM, SEM, EDX, optik geçirgenlik ve soğurma ölçümleri yardımı ile özellikleri araştırıldı. Ayrıca çalışma sonunda yapılan bir payroelektrik deney düzeneği ile oluşturulan aygıtların payroelektriklik özellikleri ölçüldü. Yapılan bu ölçüm ve araştırmalar sonucunda elde edilen bilgilerin teknolojik potansiyeli tartışıldı.

1.2 Akıllı Malzemelerin Tarihsel Gelişimi

Her geçen gün artan bilimsel araştırmalar neticesinde malzeme biliminde hızlı bir ilerleme kaydedildiği gözlenmektedir. Bundan dolayı daha kaliteli, daha düşük maliyetli ve daha kullanışlı malzeme üretimi git gide artmaktadır. Meydana gelen tüm bu gelişmeler karşısında malzeme mühendisleri daha işlevsel ve tekdüzelikten ayrılarak daha farklı aygıt tasarımları yapmaya başlamışlardır. Son yıllarda oldukça popülerlik kazanan fonksiyonel malzemeler olarak adlandırılan yeni bir malzeme türü ortaya çıkmıştır. Bu malzemeler ısı, ışık, manyetik alan veya kuvvet karşısında çeşitli tepkiler çekmektedir. Bu özelliklerinden dolayı tüm teknoloji uygulamalarının ilgisini çekmeye başlamış ve hala da devam etmektedir.

Malzeme tasarımı ile uğraşan mühendisler, keşfedilen bu akıllı ya da zeki malzemeler (intelligent or smart materials) sayesinde aygıt tasarımını daha farklı ve kullanışlı hale getirmeye başlamışlardır (Yaman vd. 2002).

İnsan hayatında büyük faydalar sağlayan akıllı malzemeler sensör sistemleri, motor sürme devreleri, mobil iletişim, bazı ölçüm aygıtları gibi birçok alanda kullanılmaktadır (Cottone 2007).

Kullanılan akıllı malzemeler, uygulanan aygıtların boyutlarında ciddi bir değişime sebep olmakla birlikte işlev bakımından yüksek performans sağlamaktadırlar. Örneğin mekanik bir hareketin algılanarak elektriksel bir uyarıya dönüştürülmesi veya ısıl bir değişim algılanarak elektriksel bir uyarıya dönüştürülmesi veya elektriksel bir uyarı ile mekanik bir uyarı oluşturulması söz konusu olmakta ve bu tür işlevlerde de akıllı malzemelerden yararlanılmaktadır (Doğrukol 2002).

Akıllı malzemelerden olan; dielektrik, piezoelektrik, pyroelektrik ve ferroelektrik malzemeler son yıllarda popülerlik kazanan gözde malzemelerdir. Çok eski olmasa da belli bir tarihsel gelişimden geçmişlerdir.

Malzemenin sıcaklık değişimlerine bağlı olarak potansiyel oluşturma yeteneği olan pyroelektrik özelliği, 18-19. yy arasında Carl Linnaeus ve Franz Aepinus tarafından keşfedilmiştir. Yapılan çalışmalar neticesinde “René Just Haüy” ve “Antoine César Becquerel” adlı iki bilim insanı mekanik kuvvetle elektrik yük arasında bir ilişki buldularsa da bu buluş pek fazla ilgi görmedi ve bu çalışmada neticeye varamadı. Daha sonra, yapılan araştırmalar sonucunda piezoelektrik etki özelliği ispatlanmış oldu. 1880’de Pierre Curie ve Jacques Curie kardeşler tarafından yapılan bu çalışmada pyroelektrik özellik üzerine bildiklerini, kristal yapısının altında yatan kristalin davranışını tahmin etmede pyroelektrik özelliğin artması yaklaşımıyla birleştirdiler ve tourmaline, quartz, topaz, kamış şekeri, Rochelle tuzu (sodium potassium tartrate tetrahydrate) kristallerini kullanarak etkiyi ispatladılar. Böylece piezoelektrik özelliğini en fazla Quartz ve Rochelle tuzu sergilediğini gördüler. Fakat Curie kardeşler ters Piezoelektrik etkiyi düşünemediler. Ters Piezoelektrik etkiyi ise bir sene sonra temel termodinamik konularından yola çıkan Gabriel Lippmann matematiksel olarak ifade etti. Bu çalışmanın ardından Curie kardeşler, Piezoelektrik kristallerde ters Piezoelektrik özelliğini araştırmaya başladılar. Bu tarihten sonra artık piezoelektriklik bir araştırma

alanı oldu. Tensor analizi kullanarak ayrıntılı bir şekilde piezoelektrik sabitlerinin ve piezoelektrik özellik gösteren 20 doğal kristal sınıfının tanımlandığı Woldemar Voigt'ın Lehrbuch der Kristallphysik çalışmasının 1910 yılında yayımlanmasıyla bu alandaki çalışmalar devam etti.

Piezoelektrik aygıtlar için ilk pratik uygulama I. Dünya Savaşı sırasında kullanılan "sonar"lardır. 1917'de Fransa'da Paul Langevin ve beraberinde çalışanlar ultrasonik denizaltı dedektörleri (ultrasonic submarine dedektör) ürettir. Dedektör, iki çelik plaka arasına film quartzların yapıştırılmasıyla oluşturulan dönüştürücü ve çevrilen yankı'nın (echo) algılanmasında kullanılan hydrophone'lardan meydana gelir. Dönüştürücünden yüksek frekanslı sinyal yayılması ve nesneden yansıyan ekonun duyulması için geçen zamanın ölçülmesiyle bu nesneye uzaklık ölçülebilir. Sonarlarda piezoelektrik kullanımı ve bu projenin başarısı piezoelektrik aletler üzerindeki ilginin gelişmesine neden olmuştur. Bundan sonra uzun bir süre boyunca yeni piezoelektrik malzemeler ve bu malzemelerin yeni uygulamaları keşfedildi ve geliştirildi. Piezoelektrik malzemeler evlerde birçok alanda kullanılır hale geldi. Ucuz ve hassas seramik fonograf (gramofon) kasetleri yürütücü dizaynını kolaylaştırdı ve kayıt çaralarının ucuz olmasını ve yapımının kolaylaşmasını sağladı. Ultrasonik dönüştürücüler katı ve sıvılarda viskozite ve elastisite ölçümünün kolaylaştırılmasına ve sonuç olarak malzeme araştırmasında büyük gelişmelere neden oldu.

II. Dünya Savaşı boyunca, Birleşik Devletler, Rusya ve Japonya'daki bağımsız araştırma grupları doğal malzemelerden daha büyük piezoelektrik sabitlere sahip olan yeni bir insan yapımı malzeme sınıfı keşfettiler (ferroelektrikler). Bu gelişme piezoelektrik özellik gösteren "baryum titanat" ve "kurşun zirkonyum titanat" malzemelerinin ve bunların kendilerine has özellikleri ve özel uygulamalarının geliştirilmesinde araştırmaları güçlendirdi. Yapılan bu çalışmaların ardından PZT, $PbTiO_2$, $PbZrO_3$ ve $BaTiO_3$ gibi bazı seramiklerin piezoelektrik özellik gösterdiği kanıtlanmıştır (Phillips 2004).

Birinci dünya Savaşından hemen sonra, mühendislik bölümünde radyo telefonu alanında çalışan Mr. Frederick R. Lack, önceden kullanılan ağır donanımın yardımı olmadan geniş sıcaklık aralıklarında çalıştırılan “AT cut” kristallerini geliştirdi. Bu gelişmeler, cihazın uçaklarda kullanılabilmesini sağlamıştır. Bu gelişme Allied hava kuvvetlerinin, havacılık radyosunu kullanarak koordine toplu saldırılarla çatışmasını sağladı. Daha sonra 1940’larda Piezo kristallere ilave olarak aynı işi görebilecek piezoelektrik seramikler geliştirildi ve her geçen gün bu konu üzerine olan ilgi giderek artı. Özellikle Amerika Birleşik Devletleri’nde bu ilgi daha fazlaydı. İkinci dünya savaşı sırasında Amerika Birleşik Devletleri piezoelektrik araştırmaları için bireysel çalışmalar yapan şirketlerden yardım istedi ama bir sonuca varamadı. Amerika’dan sonra piezo malzemeler Japonya’nın da ilgisini çekmeyi başardı ve 1951’de Japonya, Baryum Titanat Uygulamaları adında bir araştırma komitesi kurdu. Bu komite hem teknik zorlukları yok etmek hem imalat engelini kaldırmak hem de yeni pazar alanları bulmak için çalışmaktaydı. 1965 başlarında ise 1951’de yapılan balık bulucu cihazdaki başarıdan sonra artık ticari olarak çalışmalar başladı. 1980’den sonrada Japonların bu çalışmalarından esinlenen birçok ulus bu alana yöneldi.

Çinko oksit, yarıiletken alanında yeni değildir. Çinko oksit ilk kez 1935 yılından önce Bunn tarafından yarıiletken olarak kullanıldı. 1966’da Damen ve arkadaşları, çinko oksidin titreşim özelliklerini araştırdı. Çinko oksidin detaylı optiksel özelliklerini de 1954’te Mollwo araştırdı. Kimyasal buharlaştırma yöntemi ile ilk kez 1970 yılında Galli ve Coker çinko oksit ince film büyütmei gerçekleştirdi (Özgür *et al.* 2005).

Çinko oksit hakkındaki çalışmalar uzun yıllar önce başlamış ama çinko oksit ile ilgili uygulamalar son on yılda dikkate değer bir ilerleme kaydetmiştir (Klingshirn *et al.* 2010).

ZnO, iyonikliği kovalent ile iyonik yarıiletkenler arasında bulunan II-VI bileşimli bir yarıiletkendir. Zincblende, wurtzite ve kaya tuzu kristal yapılarında bulunur. Termodinamik açıdan kararlı olan sadece wurtzite’dir. Zincblende ise kübik bir alt taş üzerine büyütüldüğünde kararlı hale gelir (Özgür *et al.* 2005).

Çinko oksit 300°C'ye kadar ısıtıldığında rengi beyazdan sarıya döner. Tek veya üç değerli bir atom kristal örgüsü içine girdiğinde yarıiletken özelliğini sürdürür (Grigoriev 1997).

Çinko oksidin yakın UV bölgesinde doğrudan ve geniş bant aralığına sahip olması, ayrıca büyük serbest eksiton bağlanma enerjisine sahip olması onu yarıiletken aygıt uygulamalar için umut verici kılmaktadır (Janotti 2009).

Çinko oksidin farklı yapısal özelliklerinden dolayı piezoelektrik ve pyroelektrik uygulamalarda kullanımı gittikçe yaygınlaşmaktadır. Çinko oksidin bütün yarıiletkenler arasında en büyük piezoelektrik etkisine ($e_{33} = 1.2 \text{ c/m}^2$) sahip olması, bu özelliklerin başında gelmektedir.

1.3 Daha Önceki Çalışmalar

Bilindiği üzere akıllı malzemeler üzerindeki yoğun çalışmalar birinci dünya savaşından sonra başlamıştır. Başlangıçta savunma sanayisinde sıkça kullanılan bu malzemeler gün geçtikçe günlük yaşamda da yer almaya başlamış ve artan talep üzerine birçok araştırmacı bu konuya yönelmiştir.

Giderek genişleyen kullanım alanından dolayı mikrohoparlör aygıtlar üzerinde de denenen piezoelektrik malzemeler gayet çarpıcı sonuçlar vermiştir. Diyafram tabanlı piezoelektrik mikrohoparlör aygıtlarda basınçlı nitrit filmler kullanılarak klasik hoparlör ile karşılaştırılmıştır. Kıvrımlı bir diyafram oluşturarak diyaframın sapma alanını genişletildi. Oluşturulan bu kıvrımlı yapı basınçlı nitrür filmler yardımı ile elde edilmiştir. Diyaframın kıvrımlı oluşu (aktif tabaka düz) elektromekanik dönüşümü gerçekleştiren aktif tabakanın kontrolünü de kolaylaştıracığından en küçük hareketlerde bile piezoelektrik malzeme yardımı ile çıkış alınabilmektedir. Böylece 3 kHz'lik bir frekansla 6 V_{tepdentepye} gerilim altında 92 dB'lik bir çıkış alınabilmektedir (Yi *et al.* 2002).

MOCVD (Metal organik kimyasal buhar biriktirme) tekniđi ile SiO₂ alt tař üzerine bytlen ZnO, 200-250°C sıcaklıklarda en etkili byme zellikleri gsterir. Sıcaklık arttıkça byme kalitesi de artar. İnce film byme sıcaklıđı, kararlı inko oksit film zellikleri zerinde nemli rol oynar. Ayrıca byme sıcaklıđı arttıkça, ince filmin c ynndeki byme oranı da artar (Kim *et al.* 2003).

SiO₂/ZnO hetero yapılı ince filmlerde tavlamanın 600-900°C artması ile ZnO filmin C-ekseni ynelimi artmaktadır. Ayrıca tavlama sıcaklıđı arttıkça ZnO tanecik byklđ de dođru orantılı olarak artmaktadır. Tavlama sıcaklıđı arttıkça ZnO (002) piki de 0.3⁰ den daha dřk aılara kaymaktadır (Sik Kim *et al.* 2003).

İyi bir piezoelektrik zelliđe sahip olan ZnO elde etmek iin r.f. manyetik alanda sıratma yntemi yardımı ile 13.56 MHz'de oksijen atmosferi altında inko oksit hedef kullanılarak piezoelektrik ZnO elde edildi. İnce film bytme tekniđinin film zerindeki etkilerini gzlemlemek iin X-ıřını kırınımı, elektron mikroskop grntleme (SEM), atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ve elektriksel lmlerden yararlanıldı. Elde edilen piezoelektrik ZnO rezonatr ve bant geiren filtre aygıtlarında denendi (Molarius *et al.* 2003).

İnce film bytme tekniđinin, ince film performansı zerinde dikkate deđer bir etkisi vardır. Ayrıca hedef malzeme ile alt tař arasındaki mesafenin film performansı zerinde de etkisi vardır. K_{eff} ve Q deđerleri piezoelektrik ZnO ince filminin kalitesini belirleyen nemli iki parametredir. Ama bu deđerler tm piezoelektrik malzemenin kalitesini gstermez nk piezoelektrik ince filmindeki her katmanın K_{eff} zerinde etkisi vardır. Bu durumda r.f. manyetik alanda sıratma yntemi ile yksek kalitede piezoelektrik ZnO filmi elde edilebilmektedir denilebilir (Molarius *et al.* 2003).

ZnO filmlerinin yapısal ve karakteristik zellikleri r.f. g parametresi ile yakından iliřkilidir. Yksek seviyede verilen r.f. gleri hızlı reaksiyondan dolayı yzeysel hasarlara neden olmaktadır. Bundan dolayı ok zayıf bir kristalite ve yksek przllk oluřmaktadır. Surface Acoustic Wave (SAW) sensrleri iin bu deđer

50W'dır. Bu r.f. değeri için, plazmada bulunan O₂ yoğunluk miktarı yığıma oranını etkilememektedir. Fakat yüksek O₂ konsantrasyonu yüzeysel kusurları azaltmaya ve kaliteyi iyileştirmeye yardımcı olmaktadır. Silisyum(Si) üzerinde oluşturulan SAW sensörleri 50 W r.f. gücü ve %15 O₂ oranı ile en iyi özelliklerini gösterirler. Bu değer Si tabanlı SAW sensörleri için en uygun değerdir (Sayago *et al.* 2004).

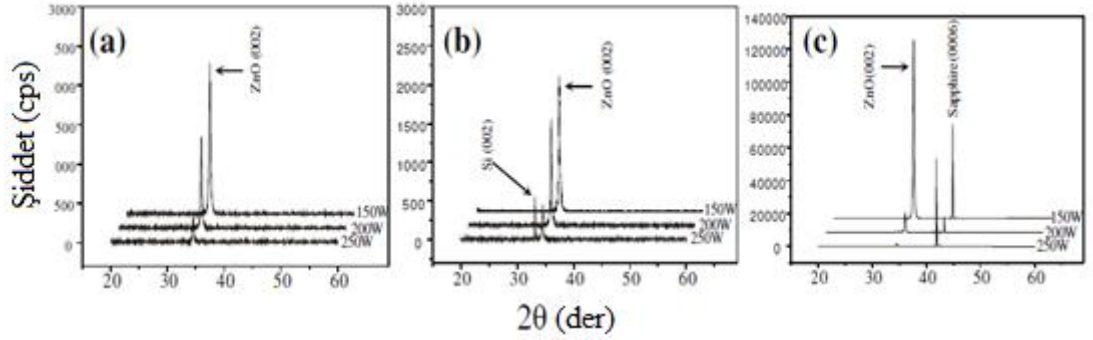
PLD (Darbeli lazer ile yığıma) tekniği kullanılarak cam, GaAs(100), Si(111) ve Si(100) alt taşları üzerinde hazırlanan ZnO ince filmler sırasıyla; 200-500°C, 200-500°C, 300-500°C ve 300-500°C sıcaklıklarında kristalleşme için en uygun şartları oluşturmaktadır. Farklı alt taşlar üzerinde büyütülmesine rağmen ZnO ince filmleri daima (002) yönünde bir büyüme gösterir (Shan *et al.* 2004).

ZnO'nun Al katkılanmasında iki senkronize lazer sistemi yardımı ile Al katkılı ZnO ince filmi elde edilebilir. Bu metoda da gaz akışının ve lazer gücünün kontrolü ile Al'nin ZnO içindeki konsantrasyonu kontrol edilebilmektedir. Bu iki lazer sistemi yardımı ile hem konsantrasyon kontrol altına alınmış olur hem de ince film büyütülürken her tabakada sabit miktarlarda Al katkılanmış olur. Ayrıca ince filmin c-ekseni yönünde büyümesi de sağlanır (György *et al.* 2005).

Sol-jel tekniği ile gözenekli silisyum üzerine büyütülen ZnO, tavlamanın ardından alt taş üzerine sıkıca tutunmaktadır. Gözenekli silisyum alt taş ve çinko oksit ince filmin arasındaki bağı güçlendirir ve böylece kontrollü bir büyüme sağlanmasına yardımcı olur. Gözenekli silisyum sayesinde ZnO'nun silisyum üzerindeki büyüme kalitesi dikkat çekici bir derecede artmaktadır (Shaoqiang *et al.* 2005).

İnce ve kalın boyutlarda iki adet LiNbO₃ kristal kullanılarak payroelektrik elektron yayını gözlemlendi. LiNbO₃ kristallerden keskin ve sivri bir yüzey oluşturularak payroelektrik yayınının artırılabilir. Böylece sürekli ve kalıcı bir akım akışı oluşturulmaktadır. Uçlar yardımı ile alan artırılması, doğrudan yayına katkıda bulunmaktadır. Yüzey durumuna bağlı olarak akım akışı değiştiğinden LiNbO₃ kristalleri için yüzey özellikleri çok önemlidir (Arab *et al.* 2010).

Büyütülen ince filmlerin yapısal özellikleri ince filmin alt taşın yapısına da bağlıdır. Birçok araştırmada, ZnO ince filminin kalitesinde alt taşın yapısı dikkate alınmamıştır. Ancak ZnO büyütmesinde alt taşın, ince filmin yapısal özelliklerini belirli bir ölçüde etkilemektedir. ZnO ince filminin Si, SiO₂ ve safir alt taşları üzerinde büyütülmesi sonucu elde edilen ince film özellikleri kullanılan her farklı malzeme için farklıdır. Elde edilen SEM görüntülerine göre safir üzerinde büyütülen ZnO filminin en geniş tanecik büyüklüğüne sahip olduğu belirlenmiştir. Çinko oksidin XRD ölçüm sonuçları, c-yönünde büyümenin alt taşa bağlı olduğunu kanıtlamıştır. (002) yönündeki bağlı yoğunluk dağılım peak büyüklüğü Si ve SiO₂ ye nazaran safir alt taşa daha büyüktür (Şekil 1.1).



Şekil 1.1. ZnO peak dağılım yoğunlukları

*(a) Si , (b) SiO₂ ve (c) safir alt taş üzerindeki dağılım piklerinin (002) bağlı yoğunlukları (Myung *et al.* 2005)

150-250W arasındaki r.f. güçlerinde yapılan sıçratma ile farklı alt taşlar üzerine büyütülen ZnO ince filmlerinin kristal yapılarının r.f. gücüne bağlılığını saptamak için Şekil 1.1'deki grafikler oluşturulmuştur. Termal tavlama ile Si ve SiO₂ alt taşlı ZnO (002) yönelim pikinin açısı sıcaklıkla artarken, safir alt taşlı ZnO (002) yönelim pikinin açısı azalır. Bundan dolayı çok düşük sıcaklıklarda büyütülen ve tavlama yapılan ZnO filmlerinin alt taşa bağımlılığının belirlenmesi, ZnO tabanlı aygıtların etkinliğini arttırmak için ilk adımdır (Myung *et al.* 2005).

Si ve SiO₂ üzerine büyütülen ZnO ince filmde optimum tavlama 800°C'dir. 800°C'de tanecik büyüklüğü maksimum olmaktadır. Fakat ZnO/Si mikro yapısının kalınlığı

tavlama ile deđişmektedir. Yaklaşık olarak %30 oranında azalan kalınlık, ZnO ile Si arasındaki difüzyondan kaynaklanmaktadır. Heteroyapılarda büyütülen ZnO'nun kalitesini arttırmak için muhakkak yüksek sıcaklık gereklidir. Fakat difüzyon tehlikesine karşılık kesinlikle sıcaklık sınırlamasına ihtiyaç vardır (Jung *et al.* 2005).

Piezoelektrik çınko oksit filmler; basınç veya ivme algılama amacı ile mikro elektromekanik sistemlerde (MEMS) kullanılır. Sensörlerin yanında, çınko oksit kuvvet gerektiren aktivasyon aygıtlarına da uygulama alanı bulmuştur. Genellikle alüminyum iletkeni ile katkılanan çınko oksit ise optoelektronik sistemlerde kullanılır.

AIN ve ZnO gibi piezoelektrik filmleri üretmek iletken malzemelere nazaran daha zordur. İyi bir piezoelektrik özelliğine sahip olan çınko oksit elde etmek çok kolay değildir. Bunun için çınko oksidin yüksek saflığa sahip olması, (002) yönünde büyümesi ve hegzagonal kristal yapısında olması, yüksek öz dirence sahip olması, alt taşa dik olarak yönelen ince sütunlu mikro yapıya sahip olması gerekir.

PLZT, MnO₂ PLZT ve BM740 (modifiye edilmiş PZT) seramikleri payroelektrik etki göstermektedirler. Ancak MnO₂ PLZT ve BM740 (modifiye edilmiş PZT) çoklu bileşen seramikleri yüksek p (payroelektrik katsayısı) ve düşük dielektrik katsayısından dolayı ayrıca yüksek sıcaklıklarda çalışabilme özelliklerinden dolayı gelecekteki termal ve kızılötesi uygulamalarda yaygın bir şekilde tercih edilecektir (Guggilla *et al.* 2006).

Kızılötesi uygulamalar için deđişik tür seramiklerin payroelektrik ve dielektrik özelliklerinin incelemesi amacı ile yapılan çalışmalar sonunda STPZT-2 ve BM740 olarak adlandırılan seramikler yüksek payroelektrik özellikleri ve düşük dielektrik kayıpları nedeni ile önemli ölçüde dikkat çekmiş ayrıca yüksek sıcaklıklarda yüksek performansta çalışma potansiyeli göstermiştir (Guggilla *et al.* 2006).

ZnO filmi elmas ile kaplandığında yüksek frekanslı akustik dalga yüzey aygıtlarında çok etkilidirler. Bu çalışmada ZnO filmi manyetik alanda sıçratma (sputter) yöntemi kullanılarak %2'lik miktarlarda Ni, Co, Cu ve Fe ile katkılanmıştır. Çalışmanın sonunda

%2'lik Cu katkılanması ZnO'da yüksek elektriksel iç direnç ve çok iyi piezoelektrik özelliği göstermiştir. Diğer katkılmalarda ise %2'nin uygun değer olmadığı anlaşılmıştır (Wong *et al.* 2006).

Silikon karbür (SiC) özelliklerinden dolayı yüksek sıcaklık uygulamaları için çok tercih edilen bir malzemedir. Çoğu araştırmacı kübik SiC (3C-SiC)'yi Si üzerine büyütmek için çalışmaktadır. Ancak örgü ve termal uyumsuzluktan dolayı bu mümkün olamamaktadır. Gözenekli Silisyum bu örgü uyumsuzluğu konularında bir şablon olarak kullanılmaktadır. Daha önce yapılan bazı çalışmalar 3C-SiC'nin yüksek sıcaklıklarda (1150°C) büyütülebileceğini görülmüştür. Ama gözenekli Silisyum tavlama ve tavlama yapısal özelliklerinin değiştirilmesine karşı hassas olduğundan bu mümkün olmamaktadır. Pürüzsüz yüzeyle 3C-SiC ince filmleri karbonlanmış gözenekli Silisyum ile elde edilebilir. Karbonlanmış gözenekli Silisyum 1150°C de üzerinden propan gaz akışı altında elde edilir. Ardından 1150°C ve düşük basınç altında 3C-SiC karbonlanmış gözenekli Silisyum üzerine büyütülür. Karbon kullanmadan büyütülen ince filmlerde pürüzlü yüzeyler elde edilmektedir (Komiya *et al.* 2004).

Karbonlanmış gözenekli silisyum, örgü uyumsuzluğunu azalttığından dolayı ZnO ince filmde alt taş olarak kullanılması bu yapıda nasıl bir etkiye sebep olacağı ileriye yönelik yapılması gereken bir araştırma konusudur.

İnce film büyütme teknolojisinde, birbiri üzerine büyütülen malzemeler, ince filmin kaliteli olması açısından, örgü uyumlu olmalıdır. 3C-SiC yapısı, silisyum teknolojisi sayesinde, küçük örgü uyumu ile yüksek kalitede ve çok ucuza çinko oksit büyütme için büyük bir avantaj sağlamaktadır (Nakano *et al.* 2009).

ZnO ince filmlerin kristalik yapısı, üzerine konulduğu malzemenin kalitesine büyük ölçüde bağlıdır. Çinko oksit ve alt taş arasındaki kafes uyumu ve yüzeyin pürüzsüzlüğü çinko oksidin yönünü etkilemektedir. ZnO ile alt taş (SiO₂) arasında farklı malzemeler konarak alt taş ve ZnO arasındaki örgü uyumu sağlanmıştır. Au/metal/ZnO/Au/metal/SiO₂ şeklinde malzeme büyütülerek BAW rezonatörleri elde

edilmiştir. Burada metal kısmına sırası ile Ti, NiCr,Cr ve Pt konularak ayrı ayrı BAW rezonatörü elde edilmiştir. Au/Ti/ZnO yapısında uygun kafes oluşumundan dolayı iyi bir performans elde edilmiştir. Kullanılan diğer metallerde uygun kafes oluşmadığından düşük performans gözlenmiştir. Eğer kullanılan elektrot Al ise Al/ZnO/Pt/Al yapısı en iyi sonuç vermiştir (Yoshino *et al.* 2010).

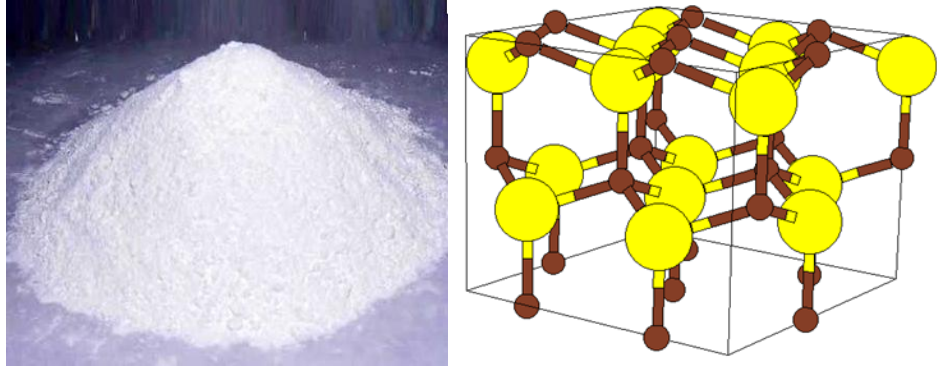
Fe katkılı LN pyroelektrik ince filmi kısa-darbeli lazerle muamele edildiğinde kristalden, normalden daha fazla I_{payro} elde edilir. Ayrıca ısıtılan bu ince film soğurken aygıt üzerinden çok küçük bir ters akım akmasına neden olur (Kitamura *et al.* 2010).

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Çinko Oksit (ZnO) ve İnce Film Büyütme Teknikleri

2.1.1 Çinko oksit

Çinko oksit 6A gurubundan oksijen ve 2B gurubundan çinko elementlerinden meydana gelen bir inorganik bileşiktir. ZnO bant genişliği yüksek II-VI yarıiletkeni olarak da bilinir. Genellikle beyaz bir toz görünümündedir. Suda neredeyse hiç çözünmemektedir. Çinko oksit, ısıtılma veya soğutulma durumuna göre farklı renkler göstermektedir.. Çinko oksit doğada kristal yapı olarak üç şekilde bulunur. Bunlar; hexagonal wurtzit, kübik zinblend ve kübik kaya tuzu (rocksalt) dur.



Şekil 2.1. Çinko oksit görünümü ve zinblend yapı

Ortam koşullarında en kararlı olan wurtzit yapısıdır. Bundan dolayı en yaygın kullanıma sahip olan yapı da budur. Wurtzit ve zinblend yapıları ters simetriye (toplam dipol momenti sıfır değil) sahip olmadıklarından piezoelektrik uygulamalarda sıkça kullanılırlar. Zinblend yapı, çinko oksidin kübik bir alt taş üzerinde büyütülmesi sonucu kararlı hale gelmektedir. Payroelektrik uygulamalarda sadece wurtzit yapısı kullanılır. Rocksalt yapısı ise ters simetriye sahip olduğundan bu tür alanlarda genellikle kullanılmamaktadır. Ancak kaya tuzu yapı çok yüksek basınçta (yaklaşık 10 GPa)

merkezi simetrisini kaybederek bu tür uygulamalar için uygun hale gelebilmektedir. Çinko oksit, II-VI bileşikleri arasında en iyonik olması ona en güçlü piezoelektrik özelliğini katmaktadır (Bhushan 2004).

2.1.2 Çinko

Çinko, mavimsi açık gri renğinde, periyodik cetvelin geçiş elementleri kısmında bulunan bir elementtir.

Çizelge 2.1. Çinko atomunun yapısı ve temel özellikleri

Geçiş metalleri (Hegzagonal yapıda)			
Sembol	Zn	Atom numarası	30
Atomik kütle	65,409 g/mol	Isısal iletkenlik	1.16 —
Atomik yarıçap	1.35	Kovalent yarıçap	1.31
Yoğunluk	7.14 —	Elektronegatiflik	1.65
Erime noktası	692.68 K	İyonlaşma enerjisi	9.39 eV
Kaynama noktası	1180 K	Bağlanma enerjisi	275 kJ/mol
Erime ısısı	7.32 —	Buharlaşma ısısı	123.6 kJ/mol
Proton/Elektron sayısı	30	Nötron sayısı	35
Elektronik Düzen	<u>Ar</u> 3d ¹⁰ 4s ²	Bant genişliği	3.3 eV

Fiziksel yapısı bakımından sert ve kırılğan bir yapıya sahip olan çinko 120°C'de şekillendirilebilmektedir. Çinko düşük kaynama sıcaklığına sahiptir ve yeryüzünde en fazla bulunan elementler arasında yer almaktadır. Bileşiklerinde genellikle iyonik bağ yapmakta ve (+2) değerini almaktadır. Asitlerde çözünür ve çözünürken H₂ gazı çıkarır.

Elektronegatifliđi demirden daha yüksek olduđu için demir kadar kolay korozyona uğramaz bundan dolayı kaplama işleminde çinko oksit anot olarak kullanılır. Çinkoya ait bazı kimyasal özellikler Çizelge 3.1’de belirtilmiştir (Bhushan 2004).

2.1.3 Oksijen

Oksijen periyodik tablonun VIA grubu elementlerindedir. Sembolü O harfidir. Atom numarası 8 ve ağırlığı 15,9997 g/mol olup, oda sıcaklığında renksiz bir gazdır. Sıvı hâli açık mavidir. İlk 1774 yılında Joseph Prestley ve İsveçli Kimyacı Karl V Wilhelm Scheele tarafından keşfedilmiştir.

Çizelge 2.2. Oksijen atomunun yapısı ve temel özellikleri

6A gurubu elementi (Kübik yapıda)			
Sembol	O	Atom numarası	8
Atomik kütle	15.9994 g/mol	Isısal iletkenlik	0.2658 —
Atomik yarıçap	0.6	Kovalent yarıçap	0.73
Yoğunluk	1.429 —	Elektrik direnci	16.78 nO ³ m
Erime noktası	54.36 K	İyonlaşma enerjisi	13.61 eV
Kaynama noktası	90.20 K	Bağlanma enerjisi	251 kJ/mol
Erime ısısı	0.444 —	Buharlaşma ısısı	6.82 kJ/mol
Proton/Elektron sayısı	8	Nötron sayısı	8
Elektronegatiflik	3.44	Isı kapasitesi	29.378 J(mol.K)
Elektronik Düzen	$1s^2 2s^2 2p^4$		

Dünya üzerinde en fazla bulunan elementtir. Soluduğumuz havanın ağırlıkça yaklaşık %23'ü, içtiğimiz suyun %85'i ve üzerinde bulunduğumuz yer kabuğunun %46'sı oksijendir. Oksijenin sadece iki allotropu vardır. Oksijen Molekülü O_2 ve Ozon O_3 dur. Ayrıca üç tane izotopu vardır, bunlar: ^{16}O , ^{17}O , ^{18}O 'dur Tabiatta iki atomlu olarak da (O_2) bulunur. Çizelge 3.2'de oksijenin ayrıntılı fiziksel ve kimyasal özellikleri belirtilmektedir.

2.1.4 Alt taş

ZnO, piezoelektrik ve pyroelektrik özelliklerinden dolayı son yıllarda üzerine önemli derecede bir ilgiyi çekmeyi başarmıştır. Bunun için yapılan çalışmalarda daha kaliteli bir ZnO elde etmek için çeşitli yöntemler geliştirilmiştir. Bu yöntemlerin temelinde alt taş malzemenin niteliği bulunmaktadır. Kaliteli bir ZnO ince film elde etmek için öncelikle doğru bir alt taş kullanılması gerekmektedir. Bu amaçla ZnO, çeşitli alt taşlar üzerinde büyütülmüş ve elde edilen bu ince filmlerin özellikleri incelenmiştir. Her alt taş üzerinde farklı özellikler keşfedilmiştir (Grubber *et al.* 2002).

Oda sıcaklığında Si, SiO_2 ve safir üzerine büyütülen ZnO ince filminin kristal yapısı ve karakteristik özellikleri safir üzerinde, diğer alt taşlara oranla daha iyi sonuçlar vermektedir (Myung 2005).

Safir, kuartz ve silisyum ultraviyole uygulamaları için kullanılacak uygun alt taş malzemelerdir. Tavlama sıcaklığına bağlı olarak ışık yayılımı (foto emisyon) yoğunluğunda dikkate değer değişimler meydana gelmektedir (Wang *et al.* 2003).

Örgü uyumsuzluğunu azaltmak için birçok malzeme alt taş olarak kullanılabilir. Literatürde bu amaçla farklı birçok yöntem kullanılarak ZnO ince filmine alt taş olarak kullanılan gözenekli silisyum, ilk kez aynı amaçla sıçratma tekniği kullanılarak bu çalışmada denenmiştir.

2.1.5 İnce film büyütme teknikleri

2.1.5.a Kimyasal buhar fazından biriktirme tekniği (CVD)

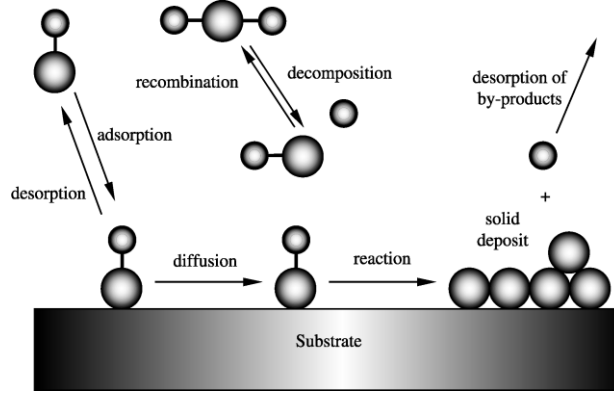
Kapalı bir kap içinde ısıtılmış malzeme yüzeyinin buhar halindeki bir taşıyıcı gazın kimyasal reaksiyonu sonucu oluşan ‘katı’ bir malzeme ile kaplanması kimyasal buhar biriktirme (Chemical Vapour Deposition, CVD) yöntemi olarak tanımlanır. Yöntem temelde buhar fazından ve basıncı, istenilen değerlere ayarlanmış bir ortamda kimyasal yöntemle katı kaplama malzemesi üretmeye dayanır.



Şekil 2.2. CVD

*<http://www.jaist.ac.jp/ms/english/equipments/CVD.html>

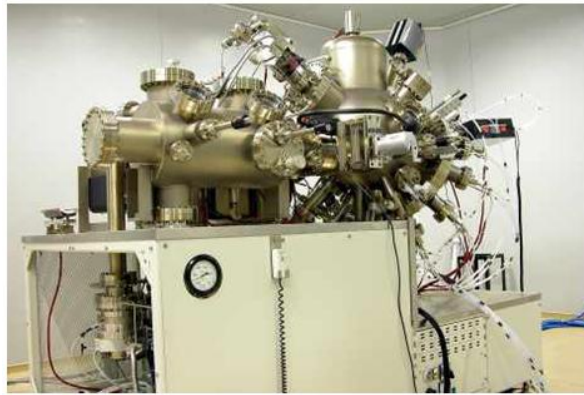
Kimyasal buhar fazından biriktirme yönteminin en önemli avantajı, kaplama malzemesi olarak kullanılan malzemenin, kaplanacak malzeme üzerine tamamen ve uniform olarak kaplanmasıdır. Buna ek olarak çeşitli kaplama parametreleri değiştirilerek kaplama kontrol altına alınabilir. Kimyasal buhar biriktirme yöntemi birçok malzemeyi kaplamada kullanılan bir numaralı endüstriyel yöntemdir. Özellikle elektronik sektöründe çokça kullanılmaktadır. Kimyasal buhar biriktirme yöntemi çoğunlukla düşük basınç altında reaktörde tanımlanan bir veya daha fazla gazları içerir. Alt taş üzerinde meydana gelen gaz tepkimeleri alt taşta şekil verir (Campbell 2004).



Şekil 2.3. CVD sistem içinde ince filmin büyüme mekanizması

2.1.5.b Moleküler şua tekniği (MBE)

Moleküler şua tekniği, birkaç bileşenden oluşan yarıiletken hazırlamak için çok uygundur. Üst üste biriktirilen tabakalarda farklı özellik ve bileşen oluşturma özelliği bulunmaktadır. Moleküler şua tekniği ultra vakum altında ve uygun bir sıcaklıkta tutulan bir kristalin yüzeyi ile bir veya birden fazla III-V elementin atom veya moleküllerinin termal ışın reaksiyonlarını içermektedir. 1958’de çoklu kaynak kullanan Gunther III-V metal büyütömlerini, kendisi cam üzerinde büyüttüğü için, çok kristal (polikristal) olarak adlandırdı. 1968’de Daven, Pankey ve Arthur MBE yöntemi ile tek kristal (monokristal) GaAs filmini büyüttüler (Davey *et al.* 1968).

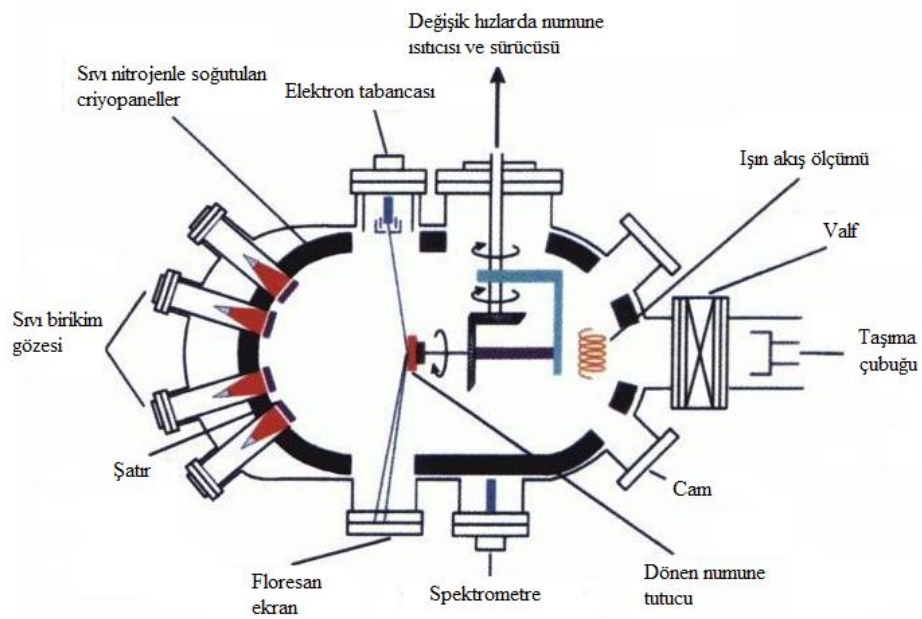


Şekil 2.4. MBE cihazı

*<http://www.starlab.gazi.edu.tr/tr/index.php?wiki=MBE>

MBE tekniğinde her buharlaştırma hücresine kaplanmak istenen element veya bileşik yerleştirilir ve hedef olarak kullanılacak alt taş ise bu buharlaştırma hücrelerini görecektir bir konuma yerleştirilir. Böylece kaplanacak malzemeden buharlaşan moleküller hedef malzeme üzerine gelerek ince bir tabaka meydana getirecektir. Ayrıca homojen bir dağılım elde etmek için numune kendi ekseninde döndürülür.

MBE tekniğinde büyütme sırasında çok yüksek vakum gerekli olduğundan MBE reaktörü içine yerleştirilen çeşitli ekipmanlarla vakumun kendiliğinden ayarlanması sağlanır. MBE yüksek kalitede ince film oluşturduğu için çok fazla ilgi görmektedir. MBE tekniğinin bu özelliklerine karşılık pahalı olması ve Zn tarafından katkılanarak p tipi malzeme elde edilme zorluğu gibi dezavantajları da vardır (Naganuma *et al.* 1975).

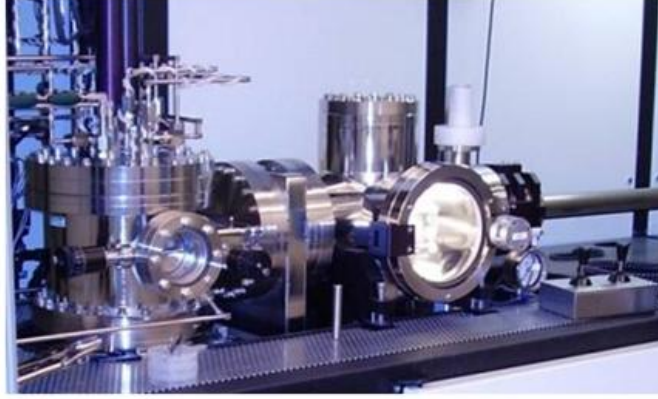


Şekil 2.5. MBE sistem kesiti (Henini 1997).

2.1.5.c Metal organik buhar fazında biriktirme (MOVPE)

MOVPE 1960'larda Manasevit tarafından geliştirilen bir yöntemdir. MOVPE metal-organik ve hibrit gibi istenilen elementlerin kimyasal reaksiyonları yardımı ile özellikle yarıiletken bileşenlerin, epitaksiyel büyütülmesidir. Bu metot ilk önce Ga-V bileşimine

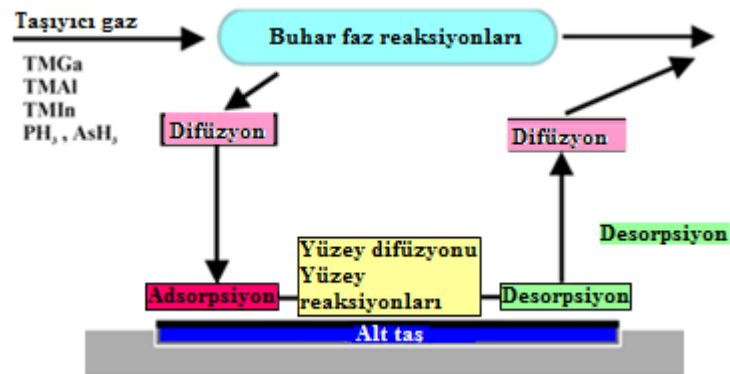
uygulandı ve ilerleyen süreçte III-V ve II-VI yarıiletkenlerine de adapte edildi. MOVPE büyütme tekniği çok yüksek saflık sağlar ayrıca InP ve GaAs bileşikleri, diğer büyütme tekniklerine göre en yüksek saflıkta bu metot ile elde edilebilir.



Şekil 2.6. MOVPE

*<http://www.fotonik.dtu.dk>

MOVPE büyütme tekniğinde kaplama malzemesi olarak kullanılan kimyasallar taşıyıcı bir gaz vasıtası ile kaplanacak malzemeye doğru taşınırlar ve ısıtılmış alt taş üzerine heterojen olarak ulaşırlar. Taşıyıcı gaz vasıtası ile hareket ettirilen bu kimyasallardan bir tanesi ya da birkaç tanesi metal organik bileşenli olabilmektedir. Bunlar genellikle oda sıcaklığında sıvı halde bulunmaktadır ve reaktöre doğru taşıyıcı gazlarla taşınırlar (Ayers 2007).



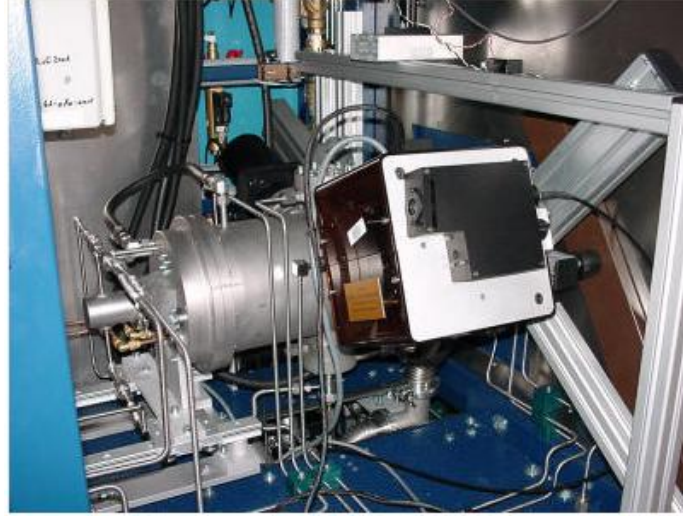
Şekil 2.7. MOVPE sistem kesiti

*<http://www.fotonik.dtu.dk>

Aygıt içindeki gaz akışları kütle akış kontrolörü (MFC) ile ayarlanmaktadır. Isıtılmış alt taşa doğru yönlendirilen kimyasal gaz karışımı yüzey üzerinde soğrulur ve difüzyonla yerleşir ve alt taş üzerinde ince bir film şeklinde büyümeye başlar (Breiland *et al.* 1999).

2.1.5.d Metal organik kimyasal buhar biriktirme (MOCVD)

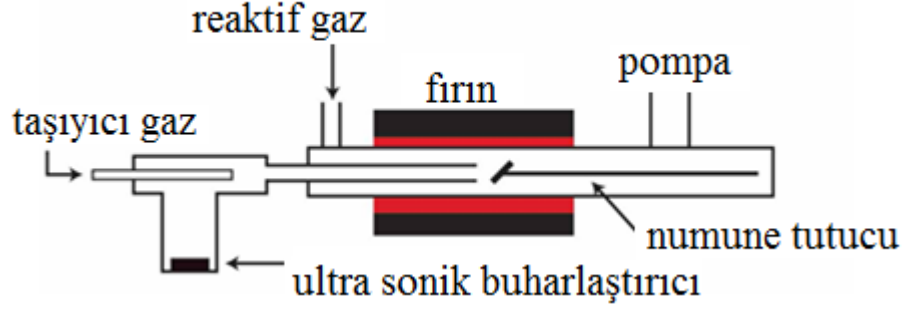
1960'larda III-V bileşenlerinin organometalik ve hibrit kaynaklarla büyütülmesi Didchenko ve arkadaşları tarafından gerçekleştirildi. Yapılan bu deneyde kapalı bir tüp sisteminde trimethylindiyum (TMIn) ve fosfin (PH₃) bileşiklerinden InP elde edildi. Ardından Manasevit 1968'de organometalik malzemelerden birçok yarıiletken bileşen yapılabileceğini ortaya koydu ve MOCVD tekniği devrini başlattı. Epitaksiyel büyütmede kullanılan bu teknik kısa sürede birkaç on yıl yaygın olarak kullanıldı.



Şekil 2.8.MOCVD

*http://www.hlphys.jku.at/fkphys/epitaxy/equipment.html#mocvd_reactor

Son yıllarda da bu teknik kendini, yüksek kalite ve çeşitli sektörler için küçük boyutta üretim yapabilme kabiliyeti ile epitaksiyel kristal büyütme tekniğinde önemli bir yer etti. MOCVD tekniğinde aktif haldeki kimyasallar buhar şeklinde alt taş yüzeyinde birikerek burada katı epitaksiyel bir tabaka oluşturur (Razeghi 2001).



Şekil 2.9. MOCVD sistem kesiti

* <http://materials.web.psi.ch//index.htm>

2.1.5.e Sıçratma (sputter) yığma

En çok kullanılan, diyotlar ve magnetronlar olmak üzere, iki tip sıçratma tekniği vardır. Bunların her ikisinde de belli bir orandaki iyonlaşmış gazdan plazma oluşturmak için doğru akım (DC) veya radyo frekansı (r.f.) kullanılabilir.

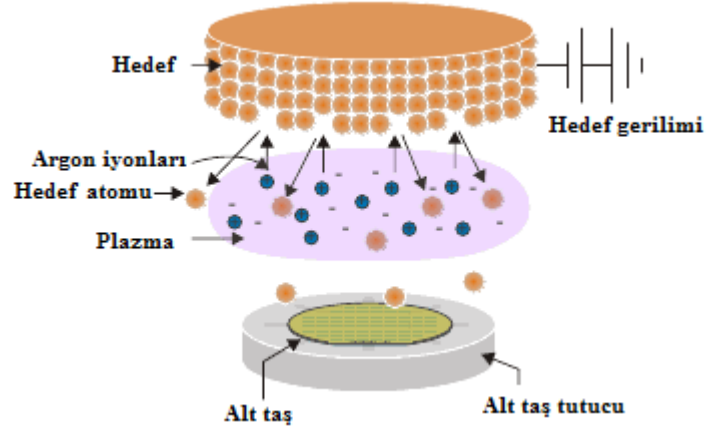


Şekil 2.10. Sıçratma cihazı

*<http://www.physics.oregonstate.edu>

En basit bir diyot sıçratma kaynağı, su soğutmalı bir plakaya bağlı düz bir disk şeklindeki hedeften oluşmaktadır. Dışarıdan uygulanan ayrı bir gerilim kaynağı ile de hedef gerilimi yüksek bir negatif değere ayarlanır. Bu arada hedef malzeme (kaplama

olarak kullanılacak) ile alt taş (kaplanacak) malzemeleri farklı konumlarda ve hedeften çıkan moleküllerin alt taş üzerine rahatça düşebileceği bir konumda ve her ikisi de aynı hazne içinde bulunmaktadır. Bu hazne içerisinde plazmanın oluşmasına yardımcı olmak için nötr bir gaz (genellikle argon) kullanılmaktadır.



Şekil 2.11. Sıçratma sistem kesiti

*http://www.icknowledge.com/misc_technology/Sputter.pdf

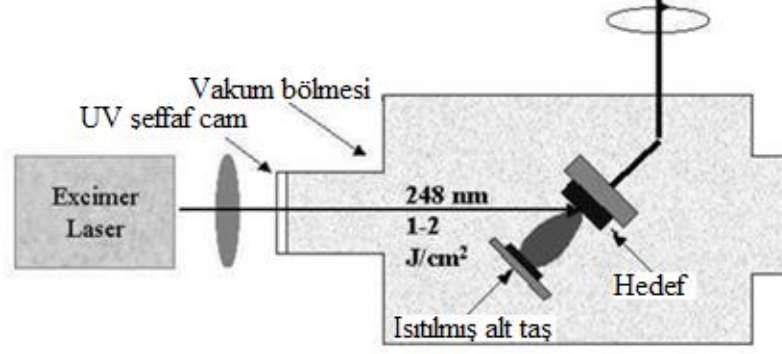
Bu nötr haldeki argon gaz atomları hedef ile alt taş arasındaki yüksek potansiyel farklılığından dolayı iyonlaşarak nötrlüğünü kaybederler. Elektriksel olarak yüklenen bu argon iyonları elektrik alanının da etkisiyle çok yüksek bir hızda (-) yüklü hedefe çarpmaya başlarlar. Hedefe çarpan bu yüksek hızlı argon iyonları, hedef atomlarını söker. Hedeften sökülen bu atomlar alt taş üzerinde birikerek ince bir film oluştururlar (Jones 2004).

2.1.5.f Darbeli lazer ile yığıma (PLD)

Lazerin keşfedilmesinden kısa bir süre sonra araştırmacılar lazerlerin malzemelerle etkileşimini incelemeye başladılar.

Smith ve Truner, lazeri ince film büyütmede kullanan ilk bilim adamlarıdır. Bu bilim adamları yaptıkları çalışmada lazer malzeme işlemedeki PLD tekniğinin kalitesini

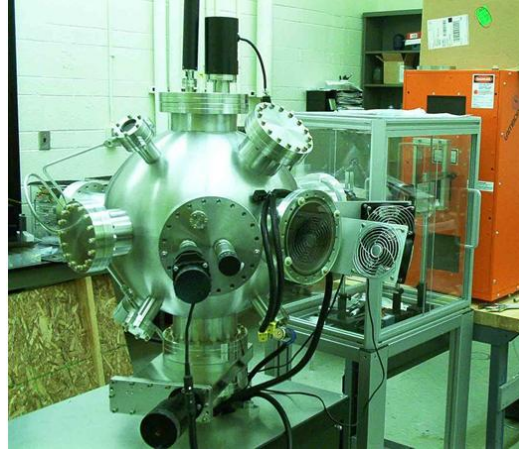
araştırmışlardır. Böylece artan çalışmalar sonucunda PLD de ince film büyütme tekniği olarak literatürde yerini almıştır.



Şekil 2.12. PLD sistem kesiti

*Boyd *et al.* 2004

PLD tekniğin, hızlı oluşu ve farklı malzemelerin ve bileşimlerin geniş araştırma olanağı sunmasından dolayı bilim adamları yeni dielektrik malzeme üretiminde tercih edilmektedir (Blank *et al.* 2004).



Şekil 2.13. PLD

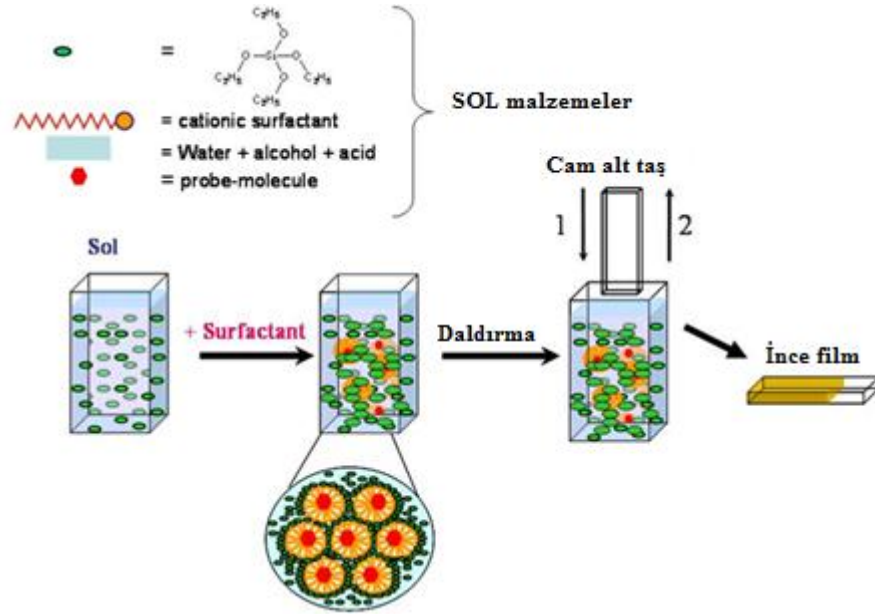
*<http://www.physics.utoronto.ca/~wei/PLD.html>

PLD ile ince film büyütme tekniği ışığın hedef içindeki elektronlar tarafından soğrulması ile başlayan çoklu işlem basamaklarından oluşmaktadır. Başlangıçta vakumda bulunan hedef malzemeye yüksek güçte lazer gönderilmektedir. Lazer ile

ısıtılıp buharlaşan hedef malzeme, alt taş üzerine kaplanmaya başlar. Bu işlem yüksek vakum ortamında ya da herhangi bir alt gazın bulunduğu ortamda yapılmalıdır (Boyd *et al.* 2004).

2.1.5.g Sol-Jel ile kaplama

Sol-jel teknolojisi, çözelti formundan yola çıkılarak farklı uygulama alanlarına yönelik olarak seramik, cam ve kompozit malzemeler üretim tekniğine verilen genel isimdir.



Şekil 2.14. Sol-Jel yöntemi

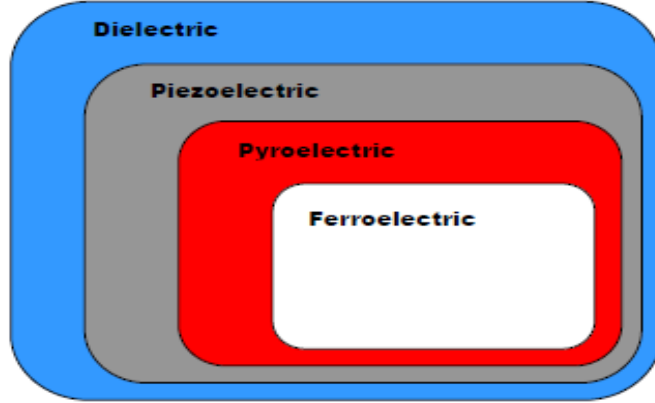
*http://iramis.cea.fr/Images/astImg/1168_4.jpg

Metal alkoksit çözeltileri veya metal tozları, nitratlar, hidroksitler ve oksitler gibi inorganik bileşiklerin belirli oranlarda su ve asitle birleştirilerek bir solüsyon oluşturulur. Bu solüsyonun belirli sıcaklıklarda karıştırılması neticesinde solüsyon içerisinde birbirini izleyen bir dizi kimyasal reaksiyon ve taneciklerin sahip olduğu yüzey yüklerinin elektrokimyasal etkileşimleri ile bir ağ meydana gelmesi (jelleşme) ve bu ağın gitgide büyüyüp sistem içerisindeki bütün noktalara ulaşarak komple bir yapı (jel) meydana getirmesidir. Sol-jel yöntemi özellikle toz, kaplama ve fiber üretiminde önemli bir potansiyele sahip olan yeni bir üretim yöntemidir (Evcin 2006).

2.2. Piezoelektrik ve Payroelektrik Özellikler

2.2.1. Dielektrik

Dielektrik; normal durumda elektriği iletmeyen yani yalıtkan olan malzemelerin elektrik alan uygulanması soruncu malzemede meydana gelen değişmelere denir. Dielektrik malzemeler elektriği iletmezler ama elektrik alandan etkilenirler. Akıllı malzemeler olarak da bilinen malzemelerin en kapsamlısı dielektrik malzemelerdir. Dielektrik malzemelere uygulanan elektrik alan etkisi ile malzeme yüzeyinde yük birikmesi meydana gelir. Bu yük birikme işlemi malzemenin her iki yüzeyinde de zıt yükler olarak gerçekleşir. Bunun sonucunda da malzemenin iki yüzeyi arasında potansiyel fark oluşur.



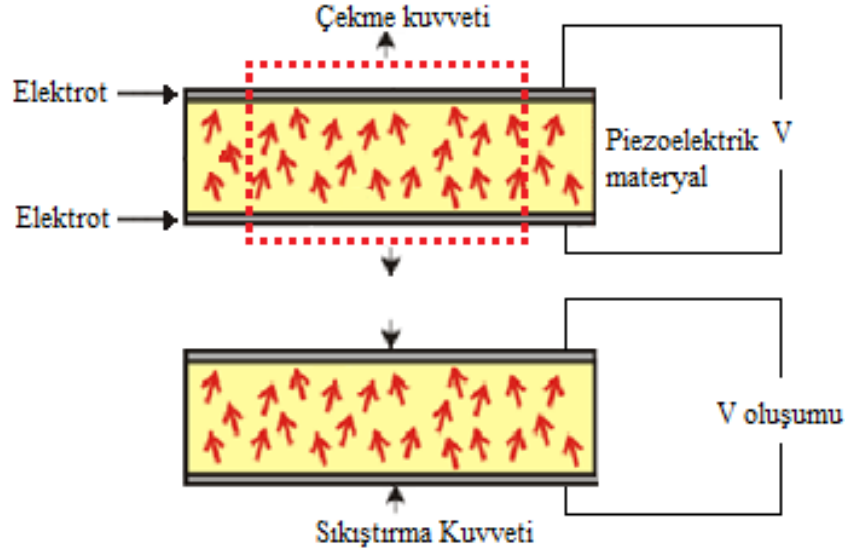
Şekil 2.15. Dielektrik tablo

Akıllı malzemeler olarak da adlandırabileceğimiz bu malzemeler hiyerarşik bir yapı sergiler. Dielektrik malzemeler; piezoelektrik, payroelektrik ve ferroelektrik malzemeleri kapsamaktadırlar. Şekil 2.15’de görüldüğü gibi her piezoelektrik malzeme bir dielektrik malzemedir ama her dielektrik malzeme bir piezoelektrik malzeme değildir. Aynı şekilde bir payroelektrik malzeme aynı zamanda bir piezoelektrik malzemedir. Ama her piezoelektrik malzeme aynı zamanda bir payroelektrik malzeme değildir. Bu benzerlik ferroelektrik malzemeler içinde geçerlidir. Dielektrik

malzemelerden ferroelektrik malzemelere doğru gidildikçe malzemede yeni bir özellik oluşur. Bu özelliklerin hepsi de ferroelektrik malzemelerde toplanmaktadır.

2.2.2 Piezoelektrik

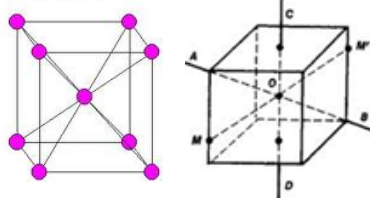
Piezoelektriklik; bir takım malzemelere uygulanan mekanik kuvvet sonucu malzemede elektriksel gerilim yaratma yeteneğidir. Bunun tam tersi olan; malzemeye uygulanan elektriksel gerilim sonucu malzemede şekil değişimine sebep olma yeteneği de piezoelektriklik olarak kabul edilmektedir. Mekanik kuvvet uygulanan malzeme, uçları kısa devre edilmemiş ise malzemede bir potansiyel oluştuğu görülecektir. Bu etki malzeme içindeki polarizasyonun yoğunluğunun değişmesinden ve malzemenin merkezi simetriye sahip olmamasından kaynaklanır.



Şekil 2.16. Piezoelektrik Etki

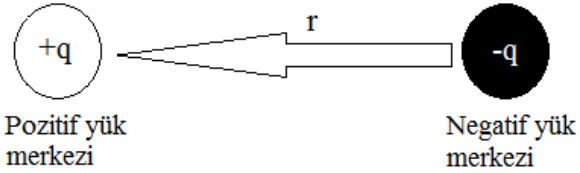
Piezoelektrik malzemeler elektrik enerjisini mekanik enerjiye, mekanik enerjiyi elektrik enerjisine çevirme yeteneğine sahip malzemelerdir (Xu and Rajapakse 1999). Piezo kelimesi yunanca kökenli olan ve “sıkıştırmak, basınç uygulamak” anlamına gelmektedir. Piezoelektrik kelimesi ise sıkıştırılan elektrik anlamına gelmektedir. Bilindiği gibi katı maddeler yüklü parçacıklardan oluşur ve nötr bir katı madde içindeki

negatif ve pozitif yüklü parçacıklar dengededir. Ancak mekanik bir yolla malzeme üzerine bir kuvvet uygulama ile bazı yapılarda, yüzey yüklerinin oluşmasına neden olur.



Şekil 2.17. Kristal yapı

Bir kristalde piezoelektrik özelliğin gözlenmesi, bu yüzey yüklerinin oluşmasına bağlıdır. Fakat simetri özellikleri bu yüklerin oluşması için gerekli koşulları kısıtlamaktadır. Bu nedenle simetri merkezi olmayan kristaller bu iş için en uygun malzeme grubunu oluşturmaktadır.



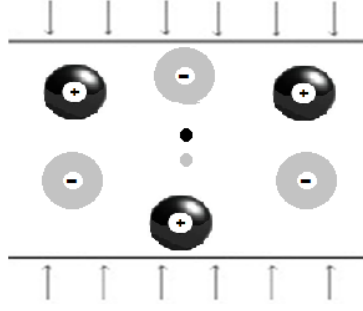
Şekil 2.18. Momentum oluşumu

Simetri merkezine sahip olmayan kristallerde negatif yük merkezi ile pozitif yük merkezi çakışık durumda değildir (Şekil 2.18). Yani iki yük merkezi arasındaki mesafe sıfıra eşit değildir. Bu sonuç ise;

$$(2.1) \quad \text{Dipol moment, Payroelektrik katsayısı, mesafe)}$$

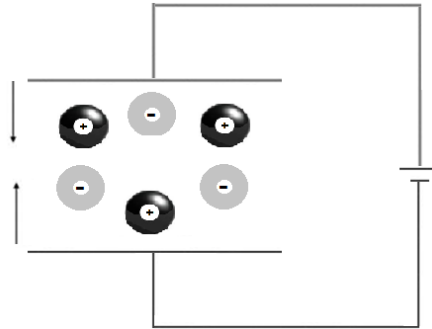
Formüle göre dipol momentin sıfıra eşit olacağını gösterir. Merkezi simetriye sahip olmayan kristallerde ise pozitif yük merkezi ile negatif yük merkezi arasında belli bir mesafe vardır yani iki yük merkezi ayrılmış durumdadır.

Şekil 2.19’da görüldüğü gibi kristalin merkezi simetrisi bulunmamaktadır. Bu durumdaki kristalde artık dipol momenti sıfır değil belli bir değeri vardır. İşte bu şekilde elektriksel olarak yüksüz ve yapısal simetri merkezi bulunmayan bir kristale uygulanan basınç, artı yüklerin merkezi ile eksi yüklerin merkezinin birbirlerinden hafifçe ayrılmasına ve kristalin karşılıklı yüzeylerinde zıt yüklerin ortaya çıkmasına neden olur.



Şekil 2.19. Merkezi simetri

Yüklerin bu şekilde ayrılması bir elektrik alanı yaratır ve kristalin karşılıklı yüzeyleri arasında ölçülebilir bir potansiyel farkı oluşur. Piezoelektrik etkiyi ifade eden bu sürecin terside geçerlidir. Ters piezoelektrik etkide de, karşılıklı yüzeyleri arasına bir elektrik gerilimi uygulanan bir kristalde boyutsal bir şekil değişimi oluşmaktadır.



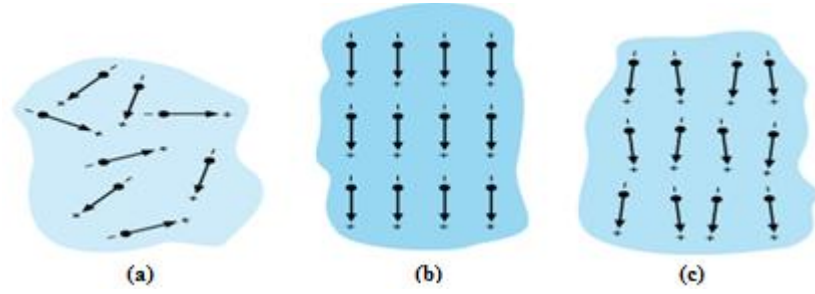
Şekil 2.20. Piezoelektrik malzemeye elektriksel etki

Piezoelektrik malzemeler, başlıca iki malzeme grubundan oluşur; kuvars ve turmalin gibi doğal olarak piezoelektrik etki gösteren kristaller ile kutuplanma sonrasında

piezoelektrik etki gösteren ferroelektrik malzemelerdir. Bazı kristallerde dipol momenti olduğu halde kristalde polarizasyondan söz edilememektedir. Bunun nedeni ise;

$$(P = \text{kendiliğinden polarizasyon, } V = \text{hacim}) \quad (2.2)$$

Polarizasyon, toplam momentin kristalin hacmine oranıdır. Dipol momenti vektörel bir büyüklük olduğundan toplam moment tüm dipol değerlerinin yöne bağlı olarak toplanması sonucu elde edilir. Yani kristal içinde dipol bulunması halinde polarizasyon hala sıfır ise o kristalde net dipol momenti sıfırdır ve tüm dipoller farklı yönlerdedirler. Bu şekildeki bir kristali elektrik alana maruz bırakıp tüm dipol yönlerini elektrik alan yönünde kilitleyerek ve ardından elektrik alanı kaldırıp kristale net bir dipol moment kazandırılabilir.



Şekil 2.21. Kendiliğinden polarizasyon

Şekil 2.21 (a)'da görüldüğü üzere dipol momente sahip bir kristalde tüm dipoller farklı yönlerdedirler. (2.2) denklemine göre burada bir polarizasyon söz konusu değildir. Kristaldeki dipolleri tek bir yöne hizalamak için kristale bir elektrik alan uygulanır (Şekil 2.21 (b)). Tüm dipoller elektrik alan yönüne doğru hizalanınca elektrik alan kaldırılarak tüm dipollerin elektrik alan yönünde kilitlemesi sağlanır (Şekil 2.21 (c)). Böylece elektrik alan vasıtası ile kristalde sürekli bir polarizasyon elde edilmiş olur.

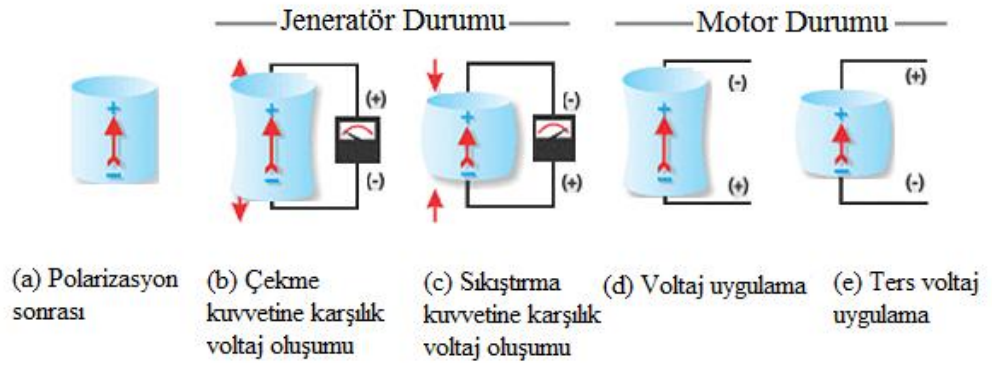
Bazı kristallerde doğal olarak polarizasyon mevcuttur. Fakat bazılarında ise bu anlatılan prosedür doğrultusunda, kristalde kendiliğinden polarizasyon meydana getirilmektedir.

Doğal olarak ya da çeşitli yöntemlerle polarize edilen kristale elektriksel ya da mekaniksel bir etki uygulandığında artık o kristalden bir tepki oluşacaktır.

2.2.2.a. Elektriksel Tepki

Polarize olmuş bir kristale mekaniksel bir etki uygulandığı zaman kristalde elektriksel değişiklikler meydana gelir. Kristalin sıkıştırılması veya gerilmesi sonucu oluşan kutuplanma bu malzemelerin en temel özelliğidir.

Başlangıçta serbest durumda olan kristalin (Şekil 2.22.a), gerilme kuvvetine maruz bırakılması halinde her iki zıt yüzeyinde de bir yük birikimi meydana gelir. Ortaya çıkan bu yük ayrımı sonunda kristalde bir potansiyel fark görülecektir. Başlangıçta açık devre olan kristal uçlarını kısa devre yapılmasının ardından bir ampermetre yardımı ile kristalden akım elde edildiği görülür. Böylece kristale gerilme kuvveti uygulayarak kristalden bir akım elde edildiği görülecektir (Şekil 2.22.b). Kristale uygulanan bu işlem sonucunda kristalin boyutlarında fiziksel değişim oluşur.



Şekil 2.22. Mekaniksel-Elektriksel etki

Aynı kristale sıkıştırma kuvveti uygulanması durumunda, gerilme kuvveti sonucu elde edilen akıma ters yönde bir akım elde edilecektir. Sıkıştırma işleminin ardından bu kez de kristalde boyca kısalma meydana gelir (Şekil 2.22.c). Kristalde oluşan bu değişimler, jeneratör hareketleridir.

2.2.2.b. Mekanik Tepki

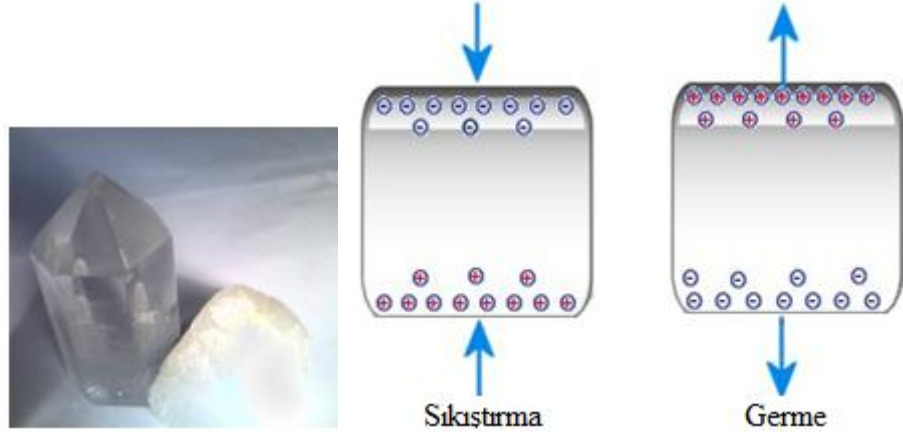
Polarize olmuş kristale elektriksel bir etki uygulanması sonucunda kristalde bu kez de fiziksel değişimler meydana gelir. Kristale, uçlarındaki gerilimle aynı yönde, bir gerilim uygulandığı durumda kristaldeki yüklerin simetri merkezleri birbirlerinden uzaklaşmaya zorlanacaklardır. Kristaldeki atomların sabit olmalarından dolayı bu etki, kristalin boyunda bir uzamaya ve kalınlığında ise azalmaya sebep olur (Şekil 2.22.d).

Kristale, uçlarındaki gerilime ters yönde, uygulanan gerilimle birlikte kristalde yüklerin merkezi simetri noktaları zıt yönlerde doğru harekete zorlanacaklardır. Kristalde atomlar çakılı şekilde olduklarından dolayı bu zorlayıcı kuvvet, kristalin şeklinde bir değişim meydana getirerek amacına ulaşacaktır. Böylece kristalin boyunda bir kısalma meydana gelir ve kristalin kalınlığı da artar (Şekil 2.22.e).

2.2.2.c. Piezoelektrik filmin özellikleri

Piezoelektrik filmin; esnek olması hafif olması ve çeşitli uygulamalar için farklı kalınlıkları kaldırabilecek dayanıklılıkta ve kalitede olması beklenir. Bir dönüştürücü olarak piezoelektrik kristalden şu özellikler istenir;

- Geniş frekans aralığı 0.001 Hz-10⁹ Hz.
- Geniş hareket aralığı (10⁻⁸ den 10⁶ psi ye veya μ torr dan Mbar'a kadar)
- Düşük akustik empedans (insan dokusuna, suya ve yapışkan sistemlere eşit)
- Yüksek voltaj çıkışı (aynı güç altındaki piezo seramiklerden 10 kat daha büyük)
- Yüksek dielektrik dayanıklılık (çoğu piezo seramiğin depolarize olduğu güçlü alanlara dayanıklılık (75V/ μ m)).
- Yüksek mekaniksel dayanıklılık ve darbe direnci (10⁹-10¹⁰ modülü).
- Yüksek kararlılık ve neme (<0.02% nem absorpsiyonu), birçok kimyasalla oksidanlara ve yoğun olan nükleer radyasyona ve ultraviyoleye dayanıklılık.



Şekil 2.23. Piezoelektrik kristal

Piezoelektrik kristallerde basınç ve sıkıştırma ile kendiliğinden polarizasyon meydana gelmektedir (Şekil 2.23). Bundan dolayı piezoelektrik malzemelerin hassas olması istenir. Piezoelektrik malzemelerin en büyük özelliği onun suya, insan dokularına ve diğer organik malzemelerin akustik empedansına neredeyse eş olacak kadar düşük olmasıdır. Örneğin piezo filmin akustik empedansı ($Z_0=\rho v$) suyun akustik empedansının sadece 2.6 katıdır. Oysaki piezoelektrik seramiklerin akustik empedansı suyun akustik empedansından 11 kat daha büyüktür. Piezoelektrik filmlerdeki bu yakınlık, akustik sinyallerin insan dokusu içinde ve suyun içinde geçmesinin daha etkin ve verimli olmasını sağlayarak bu alanlarda piezoelektrik seramiklerin kullanımını yaygınlaştıracaktır (Yang 2006).

Çizelge 2.3'te piezoelektrik filminin tipik özellikleri belirtilmektedir. Çizelge 2.4'te ise bir PVDF polimeri ile iki popüler piezoelektrik seramiğin (PZT ve $BaTiO_3$) piezoelektrik özellikleri karşılaştırılmaktadır.

Çizelge 2.3. Piezo filmin tipik özellikleri

Sembol	Parametre		PVDF	Kopolimer	Birim
t	Kalınlık		9, 28, 52, 110	<1-1200	µm (mikron, 10 ⁻⁶)
d ₃₁	Piezo gerilme katsayısı		23	11	10-12 m/m C/m ²
d ₃₃			-33	-38	V/m N/m ²
g ₃₁	Piezo basınç Katsayısı		216	162	10 ⁻³ V/m veya
g ₃₃			-330	-542	m/m N/m ² C/m ²
k ₃₁	Elektromekaniksel		12%	20%	
kt	Coupling Faktörü		14%	25-29%	
Y	Young Modülü		2-4	3-5	10 ⁹ N/m ²
V0	Ses Hızı	Gerilme:	1.5	2.3	10 ³ m/s
		Kalınlık:	2.2	2.4	
P	Payroelektrik katsayısı		30	40	10 ⁻⁶ C/m ² °K
e	Dielektrik sabiti		106-113	65-75	10 ⁻¹² F/m
ε/ε ₀	Bağıl geçirgenlik		12-13	7-8	
P _m	Kütle yoğunluğu		1.78	1.82	10 ³ kg/m
P _e	Hacim direnci		>10 ¹³	>10 ¹⁴	Ohm
	Yüzey metalizasyonu Direnç		<3.0	<3.0	Ohm/cm ² NiAl için
			0.1	0.1	Ohm/cm ² Ag Ink için
Tanδ _e	Kayıp tanjant		0.02	0.015	1KHz
	Ürün dayanıklılığı		45-55	20-30	10 ⁶ N/m ²
	Sıcaklık aralığı		-40 to 80...100	-40 to 115...145	°C
	Su soğurması		<0.02	<0.02	% H ₂ O
	Maksimum çalışma gerilimi		750 (30)	750 (30)	V/mil (V/pm), DC, 25°C
	Arıza gerilimi		2000 (80)	2000 (80)	V/mil (V/pm), DC, 25°C

Piezo filmi düşük yoğunluğa ve mükemmel bir duyarlılığa sahiptir ve aynı zamanda dayanıklı bir malzemelerdir. Piezo filmlerin uyum yetenekleri, piezo seramiklere göre 10 kat daha büyüktür. Piezo filmleri, yüksek hassaslık ve geniş bant aralığı istenilen güç algılama uygulamaları için çok uygundur. Ayrıca polimerlerin çok düşük akustik empedanslarından dolayı ateşleme mekanizmalarında havaya ya da gaz içine yüksek güçte bir enerji transfer edebilirler.

Çizelge 2.4. Piezoelektrik malzemelerin karşılaştırılması

Özellik	Birim	PVDF Film	PZT	BaTiO ₃
Yoğunluk	10 ³ kg/m ³	1.78	7.5	5.7
Bağıl geçirgenlik	e/e ₀	12	1.200	1.700
d ₃₁ sabiti	(10 ⁻¹²) C/N	23	110	78
g ₃₁ sabiti	(10 ⁻³) Vm/N	216	10	5
k ₃₁	1 KHz de %	12	30	21
Akustik empedans	(10 ⁶) kg/m ² -san	2.7	30	30

2.2.2.d. Piezoelektrik uygulamalar

Piezoelektrik malzemelerin uygulama alanları 1880-1881'deki Curie kardeşlerin yaptığı çalışmalardan sonra birçok alanda hızla yayıldı. Bu çalışmalar, 1954'te keşfedilen PZT seramiğinin, günümüze kadar tüm piezoelektrik uygulama alanlarında kullanılan baryum titanatın yerinin almasını sağladı. Piezoelektrik aygıtlar genel olarak kullanım amaçları bakımından dört grupta ayrılır (Nuffer and Bein 2006). Bunlar; jeneratörler, aktuatörler, sensörler ve dönüştürücülerdir. Jeneratör ve sensörler doğrudan piezoelektrik etkinin kullanılması ile meydana gelmektedirler. Burada mekanik enerjinin direk olarak elektriksel bir etkiye dönüşü bulunmaktadır. Bu etkiden dolayı piezoelektrik malzemede bir yük birikimi meydana gelmektedir. Tetikleyicilerde (Aktuatörler) ise bunun tam tersi meydana gelmektedir. Yani elektriksel bir girdinin

ardından mekaniksel bir çıktı verir. İşte elde edilen bu çıktılar yardımı ile birçok uygulamada piezoelektrik malzemeleri kullanılmaktadır.

Piezoelektrikler, ulaşım endüstrisinde temel olarak; Darbe sensörleri, mesafe sensörleri ve yakıt akıtma sistemlerinde kullanılmaktadır. Sağlık sektöründe ise genellikle görüntüleme sistemlerinde karşımıza çıkmaktadır. Piezoelektrik kristaller elektronik aygıtlarda, mikroskoplarda, ultrasonik aygıtlarda, günlük yaşamda kullanılan saatlerde, hassas termometre yapımında yarıiletken devre sistemlerinde ve askeri uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır.

Çizelge 2.5. Piezoelektrik malzemelerin uygulamaları ve tasarımları

Dizayn/ etki yönü	Direk piezoelektrik etki		İndirek piezoelektrik etki	Çifte etki
	Sensör	Jeneratör	Aktuatör	Dönüştürücü
Bulk malzeme (d_{33} -etki)	İvmeölçerler Darbe sensörler Basınç/kuv-vet sensörleri	Yüksek voltajlı ateşleyiciler	-	Ultrasonik sonar aygıtları Mesafe ölçerler karakterizasyon
Çok katmanlı (d_{33} -etki)	-	Enerji elde etme	Aktif titreşim azaltma Nano-konumlam	-
Parça (monoklinik) (d_{33} -etki)	Hareketli basınç sensörleri	Enerji elde etme	Aktif titreşim azaltma	-
Parça (Fiber kompozitler) (d_{33} -etki)	Hareketli basınç sensörleri	Enerji elde etme	Aktif titreşim azaltma	-
Bi-/trimorf d_{33} + bimorf etki	-	-	Tekstil makineleri	-
Özel tasarım	-	Enerji elde etmek için Zil dönüştürücüler	Ultrasonik motorlar	Dönüştürücüler

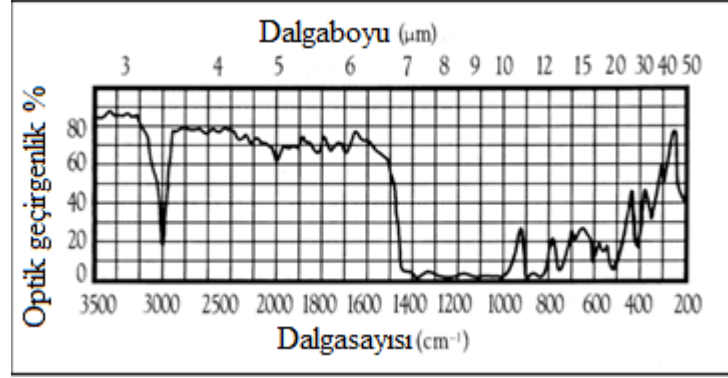
Çizelge 2.5’de piezoelektrik malzemelerin endüstrideki bazı kullanım amaçları ve kullanılan piezoelektrik malzemelerin dizaynı gösterilmiştir. Ayrıca bu çizelgede de belirtildiği gibi piezoelektrik malzemelerin her etkisi için bir uygulama mevcuttur.

2.2.3. Payroelektrik

1800’lerde görünür bölge çevresinde dikkate değer miktarlarda ısı enerjisi olduğu tespit edildi. Uzun bir dalga boyuna sahip olan bu radyasyon fiziki yasalara da uymaktaydı. Bunu tespit edilmesinin ardından bilim adamları tarafından çeşitli kızılötesi sensörler yapıldı. İkinci dünya savaşından sonra ise foton algılama temeline dayanan dedektörler geliştirildi. Radyasyon ile yarıiletken bir malzemenin etkileşimi sonucu malzeme içerisindeki serbest yük yoğunluğunun artmasıyla iletkenliğin değişmesi ilkesine dayanan bu dedektörler genellikle düşük sıcaklıklarda verimli olarak çalışmaları sebebi ile kullanım alanı az olmuştur.

Bu çalışmalardan sonra araştırmacılar, bazı malzemelerin bir özelliği olan payroelektriklik ve payroelektrik dedektörler üzerinde yoğunlaştılar. Amaç payroelektrik bir malzemenin dedektör yapımında kullanılması olunca, algılanması kolay bir sinyal elde edebilmek için payroelektrik katsayısı yüksek olan bir malzeme gereklidir. Bu amaçla kullanılan malzemeler genellikle payroelektrik katsayıları oldukça yüksek olan ferroelektrik inorganik malzemelerdir. Bu malzemelerin mekaniksel yapılarından dolayı bazı yüzeylerin kaplanmasında olumsuzluklar olması, kırılma olmaları, gürültünün yüksek olması ve üretim maliyetinin yüksek olması gibi dezavantajları vardır. Bu dezavantajlarından dolayı yeni malzeme arayışları ortaya çıkmıştır.

1969 yılında Japon bilim adamı Kawai, PVDF adında bir polimer kullanarak yaptığı ölçümlerde, bu malzemenin yüksek bir payroelektrik ve piezoelektriklik özelliği olduğunu saptadı. Bu tarihten sonrada dedektör çalışmalarında PVDF polimeri kullanılmaya başlandı.



Şekil 2.24. PVDF filminin tipik kızılötesi soğurma spektrumu

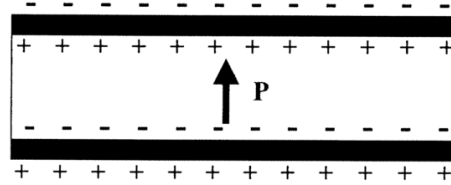
Diğer ferroelektrik malzemeler gibi PVDF'nin de sıcaklık değişimlerine tepki olarak elektriksel yük üreten bir pyroelektrik malzeme olduğu kanıtlandı. Yapılan çalışmalarla sonucunda PVDF'nin kızılötesi enerjiyi en güçlü soğurduğu noktaların 7-20 μm dalga boyları arası olduğu saptandı (Şekil 2.24). Bu spektrum canlı bir vücut ışınım spektrumu bölgesine karşılık gelmektedir. Bundan dolayı, çeşitli sensör uygulamalarının yanı sıra insan hareket sensörlerinde de etkin olarak kullanılmaya başlanmıştır. PVDF polimerinin keşfedilen yeni özelliklerinden dolayı bu kez de araştırmacılar malzemenin kopolimerlerini de araştırmaya başladılar. Günümüzdeki bilinen en çok piezoelektrik ve pyroelektrik özelliğe sahip polimerik katı VDF-TrFE olarak adlandırılan polimerdir.

Çizelge 2.6. Bazı malzemelerin pyroelektrik katsayıları

Malzeme	$P(\mu\text{Cm}^{-2}\text{K}^{-1})$	ϵ	$C_p(10^6\text{Jm}^{-3}\text{K}^{-1})$	$F_v=p/(\epsilon\epsilon_0c_p)$	$T_c(^{\circ}\text{C})$
LiTaO ₃ tek kristal	230	47	3.2	0.17	620
TGS tek kristal	280	38	2.3	0.36	49
SBN-50 tek kristal	550	400	2.3	0.07	121
(Pb,Ba)5Ge ₃ O ₁₁ tek kristal	320	81	2	0.22	70
PbZrTiO ₃	380	290	2.5	0.06	230
PbTiO ₃	180	190	3	0.04	490
Ba _x Sr _{1-x} TiO ₃ seramik					17

Çizelge 2.6’de bazı organik ve inorganik malzemelere ait bazı büyüklükler verilmiştir. Ölçülen payroelektrik katsayıları farklı sıcaklıklardaki değerlerdir.

Payroelektrik malzemeler piezoelektrik malzemeler kapsamında bulunan merkezi simetriye sahip olmayan yapılardır. Merkezi simetriye sahip olan malzemelerin bir tane polar eksenleri vardır. Bu eksen, kristalin kendiliğinden polarizasyonuna paralel olan bir eksenidir. Kendiliğinden polarizasyon ise merkezi simetriye sahip olmayan kristallerde dışarıdan bir etki olmaksızın kristalde bulunan polarizasyondur (Şekil 2.25). Payroelektrik malzemelerde malzemenin net dipol momentinin sıcaklıkla değişimi payroelektrikliği belirler.

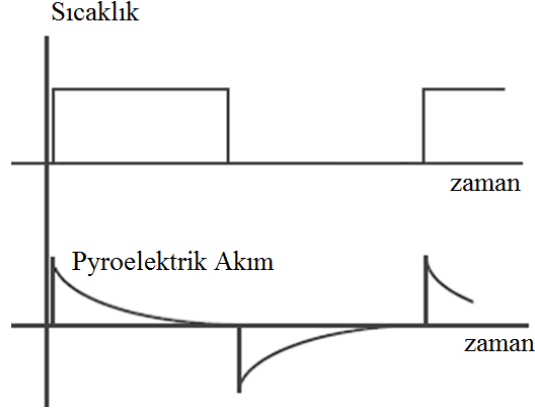


Şekil 2.25. Kendiliğinden polarizasyon

Payroelektrik algılamada belirli malzeme özelliklerine gereksinim vardır. Örneğin payroelektrik bir dedektör malzemesinin ortalama kalınlığı 100nm civarındadır. Yüzeyinin pürüzsüz ve dielektrik kayıp faktörünün düşük olmalıdır. Dielektriklik değeri frekansa bağlıdır ve bu nedenle gürültü problemini doğurmaktadır. Bunun için dielektriklik değeri düşük olmalıdır. Ayrıca düşük piezoelektrik özelliğinin olması istenir ki ölçülen değerlerin payroelektrik özellik olduğu kesinleşsin.

Payroelektrik malzemedeki ve diğer tüm dielektrik malzemelerde, malzemenin özelliğini koruması için curie sıcaklığı altında bulunması gerekir. Curie sıcaklığına yaklaştıkça malzemenin payroelektriklik özelliği azalır ve curie noktasında tamamen sıfır olur ve bu sıcaklık değeri üzerinde de malzeme özelliğini kaybeder. Payroelektrik malzemelerde polarizasyon ters elektrik alanla değiştirilemez. Polarizasyonun değişmesi yalnızca sıcaklıkla olur. Polarizasyonu tamamen sıfırlamak için de malzeme sıcaklığının curie sıcaklığına çıkarılmasıyla olur. Bu özellik sadece payroelektrik malzemelerde

görüldüğünden dolayı payroelektrik malzemeler için ayırt edici bir özelliktir. Payroelektriklik sadece sıcaklık değişimi ile ortaya çıkmaktadır.



Şekil 2.26. Payroelektrikliğin sıcaklıkla değişimi

Şekilde 2.26'da görüldüğü üzere payroelektrik akım artışı, sıcaklık değişimlerinin olduğu anlara denk gelmektedir. Sıcaklığın artmasının ardından sabit şekilde kalması payroelektrik akımı azaltmaktadır. Çünkü sıcaklığın sabit kalması, değişimin sıfır olmasına neden olacaktır ve (2.3) denklemine göre payroelektriklik de sıfır olacaktır. Bundan dolayı payroelektrik akım azalmaya başlayacaktır. Sıcaklığın azalan yönde bir değişim göstermesinin ardından ise payroelektrik akım yönü değişerek negatif yönde artacaktır ve her sıcaklık değişimi ve değişim yönüne bağlı olarak payroelektrik akımda da değişim meydana gelecektir.

$$P_i = p_i T \quad i=1,2,3.. \quad (2.3)$$

p =payroelektrik katsayısı ($C \ m^{-2} \ T^{-1}$)

P =polarizasyon

Burada kullanılan p_i vektörel bir niceliktir. Sıcaklık değişimiyle değişen polarizasyon, yüzeyde bir yük birikimine neden olacaktır. Kristaldeki ısıl değişimin ardından

meydana gelen yüzey yüklerinin yoğunluğu, yüzeye dik polarizasyondaki değişime eşit olacaktır. Böylece şu bağıntı elde edilecektir.

$$\epsilon_s = \Delta P_n \quad (2.4)$$

Buradaki P_n yüzeye dik polarizasyondur.

Kristalin her iki yüzeyinde, sıcaklığın ΔT kadar yükselmesi sonucu birikecek ΔQ yükü, A elektrot yüzey alanı olmak üzere,

$$\Delta Q = \epsilon_s A \quad (2.5)$$

olarak ifade edilir. Böylece (2.3), (2.4), (2.5) denklemlerinden;

$$\Delta Q = p A \Delta T \quad (2.6)$$

eşitliği elde edilir. Buradaki p , polarizasyonun elektrot yüzeyine dik bileşenidir ve her payroelektrik malzemesi için farklı bir değerdedir. Sıcaklık değişimleri esnasındaki payroelektrik akım (\dot{I}_p) ise (2.7) eşitliği ile belirlenir.

$$\dot{I}_p = \frac{\Delta Q}{\Delta T} \quad (2.7)$$

Payroelektrikliğin temeli, kendiliğinden kutuplanmanın sıcaklığa bağımlılığından oluşmaktadır. Bunun için termodinamiksel olarak bakılacak olursa payroelektrik katsayısı olan p , (2.8) bağıntısı ile tanımlanabilir.

$$p = \frac{\Delta Q}{\Delta T A} \quad (2.8)$$

Denklemdaki kendiliğinden polarizasyon, T sıcaklık, C öz ısı kapasitesi, E elektrik alan ve X mekanik gerilmedir. Kristal bir malzemede net bir dipol momentinin bulunması yani bir polar eksene sahip olması kendiliğinden polarizasyona neden olacaktır. Bu polar eksen, dışarıdan bir uyarım yoluyla da oluşturulabilir. Dışarıdan verilen uyarım sıradan sıcaklıklarda kalıcıdır, bundan dolayı malzemenin elektriksel etkinliğine tesir edecek olmasından dolayı bu etkinliğe dahil edilmelidir.

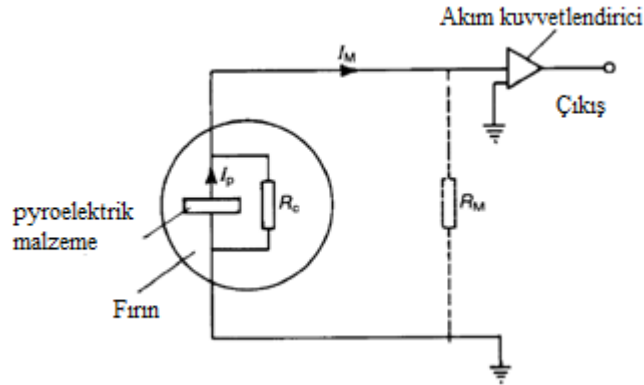
Polarize olmuş bir malzeme içerisindeki toplam dielektrik uzanım (dielectric displacement) (2.9) denklemi ile verilmektedir.

$$(2.9)$$

Bu denklemde verilen P değişkeni toplam polarizasyondur. Yani $P = P_S + P_{\text{indüklenmiş}}$ olarak bulunur. Buradaki P_S kendiliğinden polarizasyonu temsil etmektedir ve $P_{\text{indüklenmiş}}$ uyarılmış polarizasyonu temsil etmektedir.

2.2.3.a. Payroelektrik katsayısının ölçülmesi

Payroelektrik katsayısı her malzeme için farklılık teşkil etmektedir. Payroelektrik katsayısını ölçmek için ise birçok metot vardır.



Şekil 2.27. Payroelektrik katsayısı ölçüm devresi

Şekil 2.27’de bu metotlardan bir tanesi görülmektedir. Burada I_M ölçülen akımı ve R_M ile R_C dirençleri de yükseltecin giriş direnci ile kristalin kaçak direncidir. Burada öncelikle $R_M \ll R_C$ oranını sağlamak gereklidir. Bu işlemin ardından sıcaklığın belli bir oranda değiştirilmesi ile $I_M \approx I_P$ ve p (payroelektrik katsayısı) değerleri elde edilmektedir.

$$\text{---} \quad (2.10)$$

$$\text{---} \quad (2.11)$$

2.2.3.b. Payroelektrik uygulamaları

Payroelektrik özellik birçok aygıtta yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu aygıtların başında payroelektrik dedektörler gelmektedir. Ayrıca lazer güç ölçümü, payroelektrik malzemelerin kullanımı bakımından en ön sıralarda gelmektedir. Payroelektrik dedektörler, iki elektrot arasına konulan bir payroelektrik malzeme ve bu sandviç yapının soğurma özelliği olan bir malzeme yardımı ile kaplanmasıyla oluşturulur ve bu soğurma özelliği olan malzemede genellikle grafitir. Bu dedektörler spektrumun ultraviyole, görünür ve kızılötesi bölgelerinde geniş bir spektral tepki özelliği sergilerler. Bu özellikler sadece soğurma için kullanılan malzemenin karakteristik özelliği ile ve çerçevenin geçirgenliği ile sınırlıdır.

Payroelektrik uygulamalar soğutma sistemi olmaksızın çok geniş bir sıcaklık aralığında çalışabilirler. Düşük güç ihtiyaçları vardır ve pil gücü ile uzun bir süre çalışabilirler. Payroelektrik malzemelerin kullanılması ile elde edilen cihazlar genellikle düşük maliyetlidirler.

Hırsız alarmları payroelektrik detektör uygulamaları için idealdir. Bu sistemlerde algılama yapmak için çok yönlü aynalar kullanılmaktadır. Vücut sıcaklığından dolayı meydana gelen kızılötesi ışınların algılanması sonucu, alarmın etkinleştirilmesi söz

konusudur. Aynalarla kaplanan alanın içinde veya dışındaki herhangi bir canlı hareketine göre sinyal üretilmektedir. Bu sinyalin dalga boyu 300K için yaklaşık olarak 8 ila 14 μ m dir. İstenmeyen dalga boylarını ortadan kaldırmak için ise bir tür filtre kullanılır. Çevresel sıcaklık değişimlerine karşı sistemi sabitlemek için de dengeli dedektörler kullanılır.

Bu tip dedektörlerin askeri amaçlı kullanım alanları da vardır. Genellikle güvenlik amaçlı kullanılan dedektörlerde iki tane hassas görüş alanı sağlamaktadır. Bu görüş özelliği yardımı ile hem hedefin varlığı tespit edilmekte, hem de hedefin hareket ve hızı belirlenebilmektedir. Bu cihazların küçük oluşu, düşük güçte çalışması ve fark edilebilmesi zor olduğundan dolayı kullanım alanını yaygınlaştırmaktadır. Bu dedektörleri diğer dedektörlerden ayıran bir özelliği de çok küçük sıcaklık değişimlerini bile algılayacak kadar hassas olmalarıdır.

Payroelektrik malzemelerin kullanıldığı diğer bir alan da yangın alarm dedektörleridir. Bu sistemdeki dalga boyları hırsız alarm dedektörlerinden biraz daha kısadır. Ama alevlerin en küçük titreşim frekanslarına bile çok hassastırlar.

Payroelektrik malzemeler ayrıca kirlilik görüntüleme ve gaz analizinde, radyometrelerde, lazer dedektörlerinde, payroelektrik termal görüntüleme, tıbbi uygulamalarda ve arıza tespiti gibi daha birçok alanda kullanılmaktadır.

2.2.4. Ferroelektrik

Ferroelektrik olgusu 1921'de, kaya tuzunun dielektrik özelliklerini araştıran J.Valasek tarafından keşfedilmiştir. Ardından 1944'te Avon Hipple, baryum titanatın ferroelektrik özelliğini keşfetmiştir. Süregelen araştırmalar sonucunda ferroelektrik özellik taşıyan malzeme sayısında hızla bir artış meydana gelmiştir.

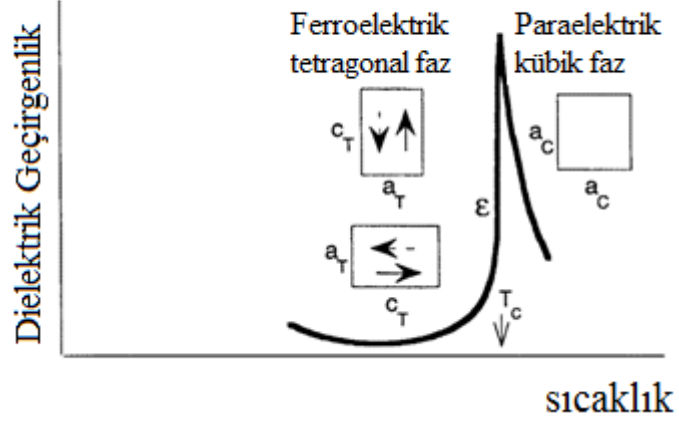
Ferroelektrikler, harici bir elektrik alan olmaksızın kendiliğinden polarizasyona sahip olan ve bu polarizasyonun yönünü bir elektrik alan yardımıyla değiştirebilen polar

malzemelerdir. Dielektrik malzemelerdeki hiyerarşinin son basamağı olan ferroelektrik; dielektrik, piezoelektrik ve pyroelektrik malzemelerin özelliklerini bir arada bulundurmaktadır. Ferroelektriği pyroelektrikten ayıran en büyük özellik, ferroelektriğin polarizasyon yönünün, ters elektrik alan yardımı değiştirilebilmesidir. Pyroelektrikte böyle bir durum söz konusu değildir. Dielektrik için önemli olan curie sıcaklığı, ferroelektrik için de geçerlidir. Ferroelektrik bir malzemenin ferroelektrik özellik göstermesi için malzemenin sıcaklığının curie sıcaklığının altında olması gerekmektedir. Curie sıcaklığı üzerinde bulunan ferroelektrik malzemeler ise ferroelektriklik özelliklerini kaybetmiş normal bir malzeme gibi davranırlar. Curie-Wiess yasasına göre;

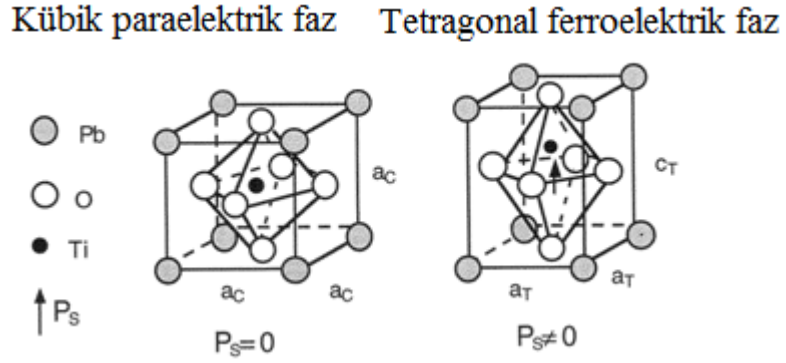
$$\text{---} \quad \text{---} \quad (2.12)$$

Curie-Wiess sıcaklığı T_0 ($T_0 \ll T_C$ (curie sıcaklığı)) üzerinde, dielektrik geçirgenlik) sıcaklıkla birlikte azalmaktadır. Bazı ferroelektrik malzemeler sıralı ferroelektrik faz geçişlerinde birkaç faz geçişine izin verirler. Sadece ilk ferroelektrik faz geçişi sıcaklığına “curie sıcaklığı” denir. Ferroelektrik malzemedeki bu faz geçişleri malzemenin dielektrik, elastik, termal ve diğer özellikleri üzerinde çok güçlü değişiklikler meydana getirir. Malzemedeki faz değişikliğine yol açan belli sıcaklık değerleri aynı zamanda malzemenin kristal yapısı üzerinde de bazı değişiklikler meydana getirmektedir. Şekil 2.28’de görüldüğü üzere malzemedeki dielektrik geçirgenlik curie sıcaklığına doğru hızla artmakta ve curie sıcaklığında maksimum değere ulaşmaktadır. Sıcaklığın arttırılmaya devam etmesi sonucunda malzeme ferroelektrik fazdan paraelektrik faza geçmektedir. Malzemenin kristal yapısı başlangıçta tetragonaldir ama curie sıcaklığından sonra kristal yapısı değişerek kübik yapıya geçmiştir. Tetragonal (dikdörtgen prizma) yapı merkezi simetriye sahip olmadığından kendiliğinden polarizasyona sahip olabilmektedir ama kübik yapı merkezi simetriye sahip değildir böylece bu yapıdaki bir malzeme kendiliğinden polarizasyona sahip olamaz (Şekil 2.29). Bundan dolayı curie sıcaklığına kadar malzemedeki

ferroelektrik özellik vardır ama curie sıcaklığından sonra malzemede ferroelektrik özelliği ya hiç yoktur ya da kısmidir.



Şekil 2.28. Curie sıcaklığının malzemeye etkisi



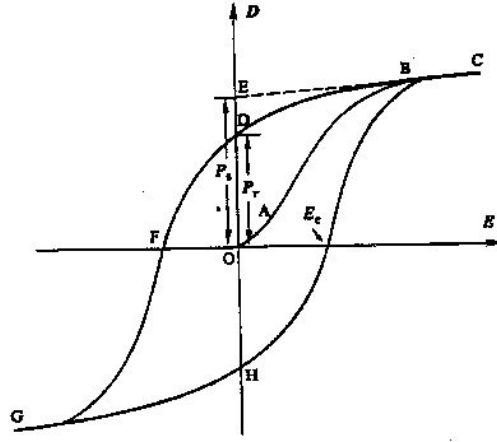
Şekil 2.29. Malzemenin farklı fazlardaki kristal yapıları

Sıcaklığın tekrar curie sıcaklığı altına inmesi sonucu malzemenin sahip olduğu ferroelektrik özellikler tekrar malzemede gözlemlenmeye başlanmaktadır.

Ferroelektrik malzemelere elektrik alan uygulanması sonucu elde edilen polarizasyonun, ters elektrik alan uygulanarak yönünün değiştirilmesi mümkündür. Ters elektrik alan uygulanan bir ferroelektrik malzemenin ferroelektrik davranışı, ferromanyetik bir malzemedeki mıknatıslanma kuvvetinin akı yoğunluğuna göre

değişim eğrisi ile aynı olduğundan ferroelektrikteki “ferro” adı verilmiştir. Yani ferroelektrikliğin demirle bir ilişkisi yoktur.

Kendiliğinden polarizasyonun sıfır olduğu curie sıcaklığı altındaki bir malzemeye elektrik alan uygulamaya başlanması durumunda malzemede artan bir şekilde kutuplanma meydana gelir.



Şekil 2.30. Ferroelektrik histerisiz döngüsü

Başlangıçta, Şekil 2.30’da O noktasında bulunan (sıfır olan) polarizasyon, elektrik alanın artırılması ile O-A noktaları boyunca sıradan bir dielektrik malzeme gibi davranır. Elektrik alanın artmaya devam etmesi ile E noktasına kadar polarizasyon artmaktadır. E-C noktaları arasında elektrik alanın artmaya devam etmesi sonucunda polarizasyonda değişim meydana gelmemektedir. Bu da malzeme içindeki tüm dipollerin elektrik alan yönünde dizildiğini gösterir. Yani bir çeşit doyum noktasıdır ve buradaki polarizasyona kendiliğinden polarizasyon (P_S) denir. Bu noktadan sonra elektrik alanın azaltılması, polarizasyonun azalmasına neden olacaktır. Elektrik alanın sıfır olduğu anda, polarizasyon sıfır olmamaktadır. Polarizasyonun bu değerine kalıcı polarizasyon (P_R) denir (D noktası).

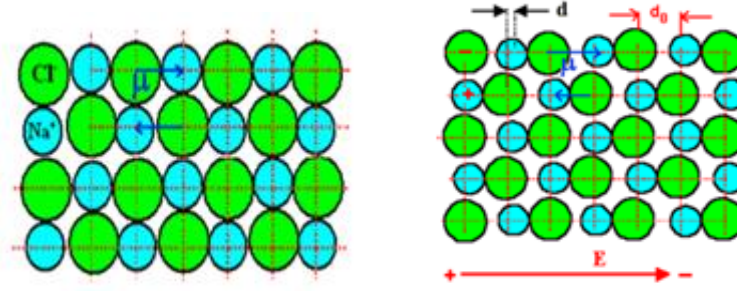
Bu kez de malzemeye, polarizasyonun ters yönünde bir elektrik alan uygulandığında polarizasyonun azaldığı görülmektedir. Elektrik alanın belli bir değerinde polarizasyon

sıfırlanmaktadır (F noktası). Elektrik alanının bu noktadaki değerine zorlayıcı elektrik alanı denmektedir. Bu noktadan sonra tekrar arttırılan elektrik alan yardımı ile polarizasyonun ters yönde artması sağlanır. Yani artık malzeme içindeki dipoller başlangıçtaki durumun tam tersi yönüne yönelmeye başlamışlardır. Elektrik alanın belli bir değerinden sonra polarizasyon negatif yönde de doyuma ulaşacaktır. Yani elektrik alanın artması durumunda artık polarizasyon sabit kalacaktır (G noktası). Bu noktadaki polarizasyon miktarına eksi yöndeki kendiliğinden polarizasyon denir ($-P_S$). Eksi yöndeki elektrik alanın azaltılması ile polarizasyon tekrar azalmaya başlayacaktır. Elektrik alanın sıfır olduğu noktada (H noktası) polarizasyon sıfır olmayacaktır. Polarizasyonun bu noktadaki değerine ise eksi yönde kalıcı polarizasyon denir ($-P_R$). Elektrik alanının tekrar artı yönde arttırılması sonucu, eksi yönde bulunan polarizasyonu sıfır yapacak ve artmaya devam eden elektrik alan, tekrardan artı yönde bir polarizasyon varlığı yaratacaktır. Ama artık bu çevrim O noktasına uğramayacaktır. Ancak malzemenin sıcaklığını curie sıcaklığının üzerine çıkararak tekrar O noktasına dönülebilmektedir.

2.3. Dielektriklerin Polarizasyon Mekanizmaları

2.3.1. İyonik polarizasyon (atomik polarizasyon)

Malzemeler, anyon ve katyonlardan oluşan iyonik yapılardan oluşur. Malzemede bulunan bu iyonlar çeşitli kuvvetler yardımı ile merkez noktaları hareket ettirilmektedir. Hareket ettirilen bu noktalar sayesinde malzemenin polaritesinde değişiklikler meydana getirilir. Malzemenin yalnızca bir anyon ve bir katyondan oluştuğu düşünülüğünde Denklem (2.1) deki mantık çerçevesinde malzemede bir dipol momenti meydana gelir. Bu dipol momentinden dolayı malzemede kendiliğinden polarizasyon meydana gelecektir. Ama malzemeler birçok anyon ve katyondan meydana geldiği için oluşacak bu dipol momentlerin toplamı, malzemenin toplam dipol momentini verecektir. Momentum, vektörel bir büyüklük olduğundan bu toplamda dipol momentlerin yönü de hesaba katılmaktadır. Kendiliğinden polarizasyona sahip olmayan böyle bir malzemede toplam dipol momenti sıfırdır.

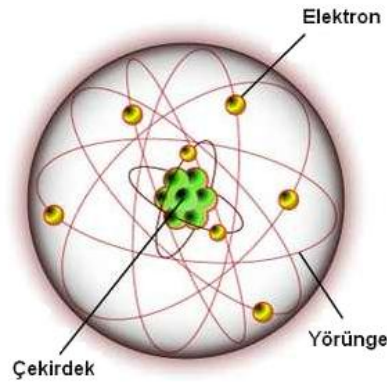


Şekil 2.31. İyonik polarizasyon

Malzemelerde dipol momentini oluşması için anyon yük merkezi ile katyon yük merkezinin birbirinden ayrılması gerekmektedir. İyonik polarizasyonda bu yük ayrımını yapmak için diğer polarizasyon tiplerinde olduğu gibi malzemeye elektrik alan uygulamak gerekir (Şekil 2.31). Malzemeye uygulanan elektrik alan yardımı ile anyon ve katyon yük merkezleri kayar ve böylece bu yük merkezleri arasında bir mesafe meydana gelir. Oluşan bu mesafeden dolayı malzemedeki toplam dipol momentini sıfırdan farklı olarak net bir dipol momentini oluşur. Bu net dipol momentinden dolayı malzemedeki kendiliğinden polarizasyon meydana gelir.

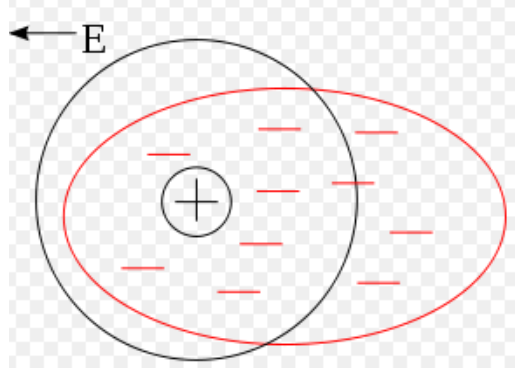
2.3.2. Elektronik polarizasyon

Her atomda veya iyonda, belli bir yörüngesi olan negatif elektron bulutu ve pozitif yüklü bir çekirdek bulunur (Şekil 2.32).



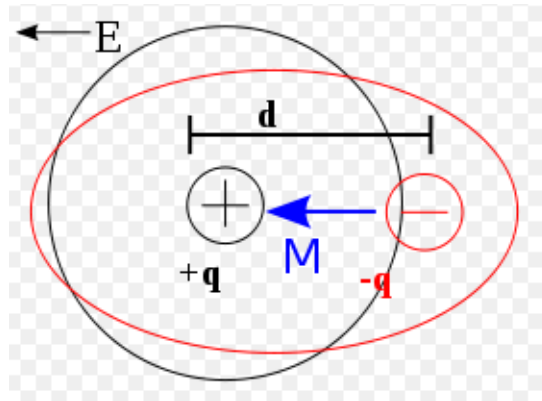
Şekil 2.32. Çekirdek

Atom ya da iyonlarda bulunan bu mekanizmalarda pozitif ve negatif yük merkezlerinin çakışık olması durumunda tüm malzemede ki dipol momentleri sıfır olmaktadır. İyonik polarizasyonda olduğu gibi ayırık yük merkezi oluşturmak için elektrik alana maruz bırakılmalıdır (Şekil 2.33).



Şekil 2.33. Elektrik alana maruz kalan atom

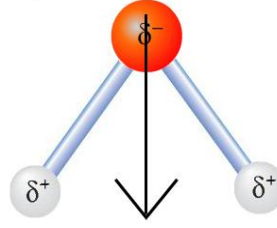
Elektrik alana maruz kalan atomda, yük merkezleri arasında kısmen bir ayrışma oluşur. Meydana gelen bu ayrışma neticesinde atomda bir dipol momentleri oluşur. Malzemeyi oluşturan tüm atomlardaki dipol momentlerinin toplamı sonucu net dipol moment elde edilir. Bu net dipol momentten dolayı da malzeme içinde kendiliğinden bir polarizasyon meydana gelir.



Şekil 2.34. Dipol moment oluşumu

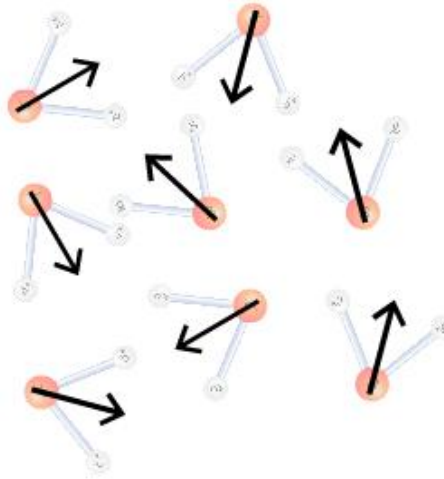
2.3.3. Yönelimsel polarizasyon

Bazı moleküllerde elektrik alan olmaksızın bir yük ayrışımı bulunmaktadır. Su molekülünde de olduğu gibi bu yük ayrışmaları, molekül içinde dipol oluşumu olarak algılanır (Şekil 2.35).



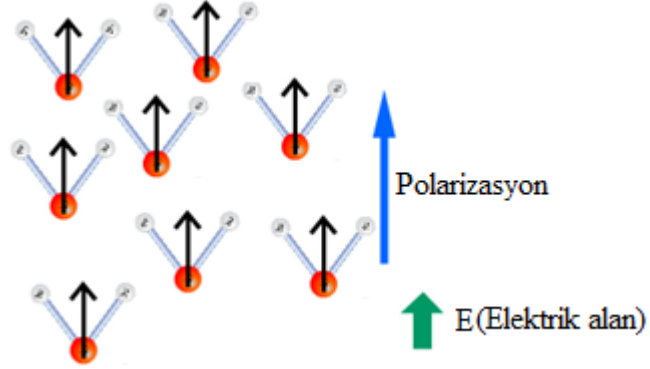
Şekil 2.35. Dipol

Malzeme içinde bu tür çok sayıda dipol olduğu farz edilirse, bu dipollerin toplamı, kendiliğinden polarizasyonun olmadığı bir malzemede sıfır olarak ortaya çıkar (Şekil 2.36). Her dipolün yönü farklı olacağından ve bu toplam da vektörel olacağından sonucun sıfır olması muhtemeldir.



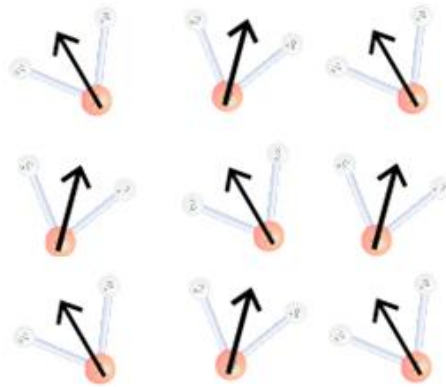
Şekil 2.36. Toplam dipol momentini

Malzemedeki bu dipol yönlerini eşitlemek için diğer polarizasyon mekanizmaları gibi yönelimsel polarizasyonda da elektrik alan uygulamak gerekir. Elektrik alan uygulanan bir malzemedeki dipollerin hepsi elektrik alan yönüne doğru yönelir.



Şekil 2.37. Malzemeye elektrik alan uygulanması

Elektrik alan yönüne doğru yönelen bu dipoller elektrik alanın kaldırılmasının ardından çok az bir sapma ile kalıcı olarak bu yönde kalırlar. Bu yolla, başlangıçta farklı yönlerde bulunan ve toplamı sıfırı veren dipoller artık yaklaşık olarak aynı yönde ve toplamları da sıfırdan farklı olacaktır. Böylece malzemede net bir dipol moment oluşacaktır. Net dipol moment oluşumundan dolayı malzemede kendiliğinden bir polarizasyon meydana gelecektir (Şekil 2.38).



Şekil 2.38. Kalıcı polarizasyon

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Fabrikasyon Sistemleri

3.1.1. Sıçratma ve buharlaştırma sistemi

Sıçratma tekniği; hedef malzemedeki, iyon bombardımanı sonucu, atomların sökülüp alt taş olarak kullanılan malzeme üzerine biriktirilmesi mantığına dayanır.



Şekil 3.1. Sıçratma cihazı

*Atatürk üniversitesi Nanoteknoloji Laboratuvarı

Burada kullanılan sistem klasik sistemlerden biraz farklıdır. Çünkü sıçratma yapımında hem DC hem de r.f enerjileri kullanılmıştır. Yani hedef malzemeye hem r.f gerilimi hem de DC gerilim verilmektedir.

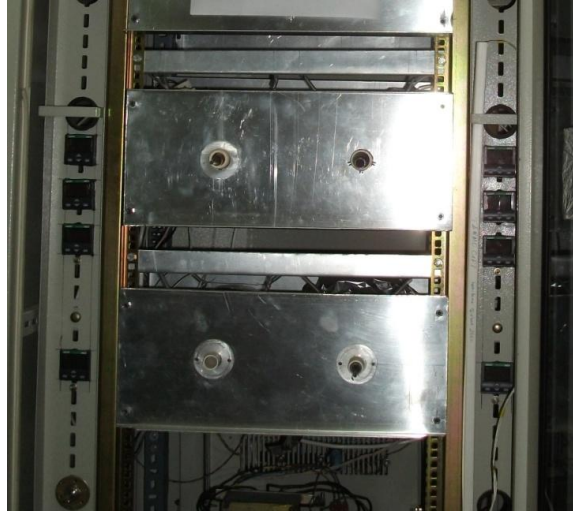
Bu sistemde dağılan hedef atomlarını numune üzerinde yoğunlaştırmak için numuneye negatif DC gerilim verilmektedir. Vakum, rotary-turbo pompa ikilisi ile sağlanmaktadır.

Yapılan bu çalışmada sıçratma yapım aşamasında öncelikle rotary (dört kanatçıklı pompa) pompa çalıştırılarak basıncın belli bir seviyeye düşmesi sağlandı. Ardından turbo pompası çalıştırılarak daha düşük seviyede basınç elde edildi.

Sıçratma fanusu içerisinde ayrıca buharlaştırma yapmak amacı ile dört farklı ısıtıcı çifti bulunmaktadır. Üç ısıtıcı sabit birer malzeme buharlaştırmak amacı ile kullanılmaktadır. Dördüncü ısıtıcı ise istenilen herhangi bir malzeme buharlaştırmak için kullanılmaktadır.

3.1.2. Tavlama fırını

Malzemeleri tavlama amacı ile atmosfer basıncında gaz altı tavlama fırınından yararlanılmaktadır. Dört ayrı bölmeden oluşan bu fırın maksimum 1100°C'ye kadar çıkmaktadır. Her bölme için ayrı bir sıcaklık kontrolü mevcuttur.

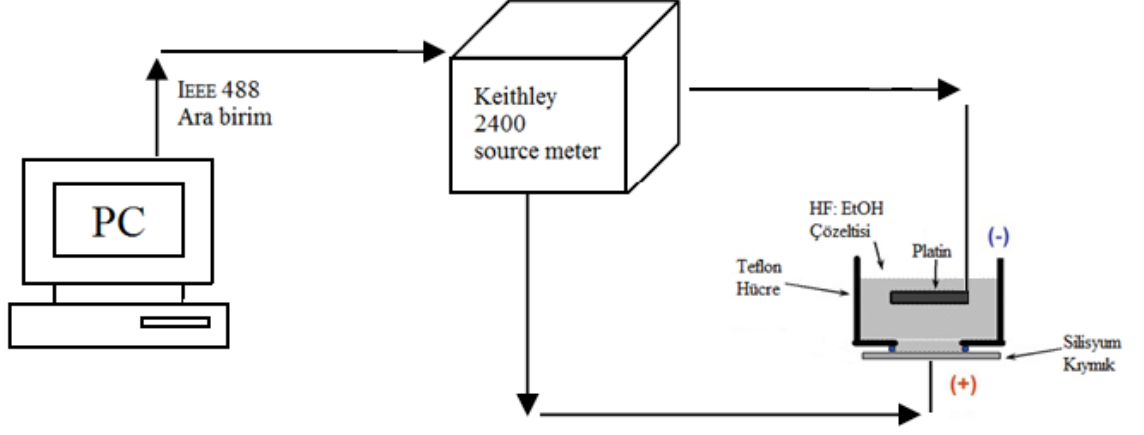


Şekil 3.2. Tavlama Fırını

*Atatürk Üniversitesi Nano Teknoloji Laboratuvarı

Fırının, her iki ucu da açık olan bir tüp şeklindedir. Bu yapı, tavlama sırasında malzemenin havayla temasını engellemek için istenilen bir gaz (bu çalışmada azot kullanıldı) altında tavlabilmesi imkânını sunmaktadır.

3.1.3. Elektrokimyasal dađlama sistemi



Şekil 3.3. Elektrokimyasal dađlama sistemi

Elektrokimyasal olayın oluşabilmesi için bir elektrolite ihtiyaç vardır. Çünkü anodik ve katodik reaksiyonlar elektrotlarla elektrolitin ara yüzeyinde oluşmaktadır. Anot ve katot çifti arasında meydana gelen potansiyel farktan dolayı silisyumda gözenekli bir yapı meydana gelir.

Silisyum kıymık anot ve platin, katot olarak bađlı olduğunda elektrokimyasal anodik dađlama meydana gelir. Eğer kritik akımdan daha düşük akım verilirse gözenekli silisyum elde edilir (Karacalı 2003).

3.2. Karakterizasyon Sistemleri

3.2.1. Taramalı elektron mikroskop (SEM)

Gelişen teknoloji, arařtırmacıların her geen gn maddenin nano yapısı ile daha fazla ilgilenme geređini ortaya ıkar mıřtır. Bu nedenle grnt iletimini sađlayan ışık yolları merceklerle deđiřtirilerek daha kk ayrıntıların grlebilmesine imkn sađlayan optik cihazlar geliřtirilmiřtir. Ancak bu cihazların gerek bytme seviyelerinin sınırlı oluřu, gerekse bu cihazlar ile elde edilen grnt zerinde iřlem yapma imknının olamayıřı, arařtırmacıları bu temel zerinden yeni sistemler geliřtirmeye zorlamıřtır.



řekil 3.4. SEM cihazı

Elektronik ve optik sistemlerin birlikte kullanımı ile yksek bytmelerde zerinde iřlem ve analizler yapılabilen grntlerin elde edildiđi cihazlar geliřtirilmiřtir. Elektro optik prensipler erevesinde tasarlanmış taramalı elektron mikroskobu (Scanning Electron Microscope-SEM), bu amaca hizmet eden cihazlardan birisidir.

Taramalı elektron mikroskobu, birçok dalda araştırma-geliştirme çalışmalarında kullanımı yanında, mikro elektronikte yonga üretiminde, sanayinin değişik kollarında, hata analizlerinde, biyoloji biliminde, tıp ve kriminal uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. İlk ticari taramalı elektron mikroskobu 1965'te kullanılmaya başlanmış, bundan sonra teknik gelişmeler birbirini izlemiştir.

Taramalı elektron mikroskopunda (SEM) görüntü, yüksek gerilim ile hızlandırılan elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan etkileşimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışını tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir. Modern sistemlerde bu algılayıcılardan gelen sinyaller sayısal sinyallere çevrilip bilgisayar monitörüne verilmektedir. Gerek ayırma gücü ve odaklanma derinliği, gerekse görüntü ve analizi birleştirebilme özelliği, taramalı elektron mikroskopunun kullanım alanını genişletmektedir. Örneğin 1000X büyütmede optik mikroskopun odak derinliği, yalnızca 0.1µm iken, taramalı elektron mikroskopunun odak derinliği 30µm dir.

Günümüzde modern taramalı elektron mikroskoplarının ayırma gücü 0.05nm'ye kadar inmiştir. Büyütme miktarı ise 5X-300 000X arasında değişmektedir.

Taramalı elektron mikroskobu optik kolon, numune hücresi ve görüntüleme sistemi olmak üzere üç temel kısımdan oluşmaktadır. Optik kolon kısmında; elektron demetinin üretildiği elektron tabancası bulunmaktadır. Ayrıca elektronları numuneye doğru hızlandırmak için yüksek gerilimin uygulandığı anot plakası, ince elektron demeti elde etmek için yoğunlaştırıcı mercekler, demeti numune üzerinde odaklamak için objektif merceği, bu merceğe bağlı çeşitli çapta aparatlar ve elektron demetinin numune yüzeyini taraması için tarama bobinleri yer almaktadır. Mercek sistemleri elektromanyetik alan ile elektron demetini inceltmekte veya numune üzerine odaklamaktadır. Tüm optik kolon ve numune 10^{-4} Pa gibi bir vakumda tutulmaktadır. Görüntü sisteminde, elektron demeti ile numune etkileşimi sonucunda oluşan çeşitli

elektron ve ışınları toplayan dedektörler, bunların sinyal çoğaltıcıları ve numune yüzeyinde elektron demetini görüntü ekranıyla senkronize tarayan manyetik bobinler bulunmaktadır.

Yüksek gerilim altında ivmelendirilen elektron demeti numune üzerine gönderilerek numune atomlarının dış yörünge elektronları ile elastik olmayan etkileşimi sonucunda düşük enerjili Auger elektronlarının oluşması sağlanır. Bu elektronlar numune yüzeyi hakkında bilgi verir ve Auger Spektroskopisinin çalışma prensibini oluşturur. Yine yörünge elektronları ile olan girişimler sonucunda yörüngelerinden atılan veya enerjisi azalan demet elektronları numune yüzeyine doğru hareket ederek yüzeyde toplanırlar. Bu elektronlar ikincil elektron (seconder electrons) olarak tanımlanır. İkincil elektronlar numune hücresinde bulunan sintilatörde (toplayıcı) toplanarak ikincil elektron görüntüsü sinyaline çevrilir. İkincil elektronlar numune yüzeyinin 10nm veya daha düşük derinlikten geldiği için numunenin yüksek çözünürlüğe sahip topografik görüntüsünün elde edilmesinde kullanılır. Ayrıca numune atomları ile elektron demeti arasında elastik olmayan etkileşmeler sonucu numuneden karakteristik X-ışınları ve sürekli ışınlar da meydana gelmektedir. Karakteristik ışınlar, dalga boyu veya enerji dağılımlı X-ışını analitik sistemlerde değerlendirildiğinde, numunenin kimyasal bileşimi hakkında bilgi vermektedir.

3.2.2. X-ışını kırınımı (XRD)

X-ışını kırınımı, ultraviyole ışıdan daha güçlü fakat Gamma ışınından daha zayıf enerjili ışın olan x ışını kullanılarak yapılan bir analiz yöntemidir. Bu yöntem, malzemelerin kristalografik özelliklerin ve içerdikleri fazların belirlenmesini sağlamaktadır. Bunu yaparken ise malzemeye zarar vermemektedir. X-ışını kırınımı, kristal malzeme yapısı hakkında bilgi elde etmek için, x ışınlarının ikili dalga parçacık yapısından yararlanır. Bu tekniğin kullanımındaki ilk amaç malzemenin yapısal kimliğini çıkarmaktır.



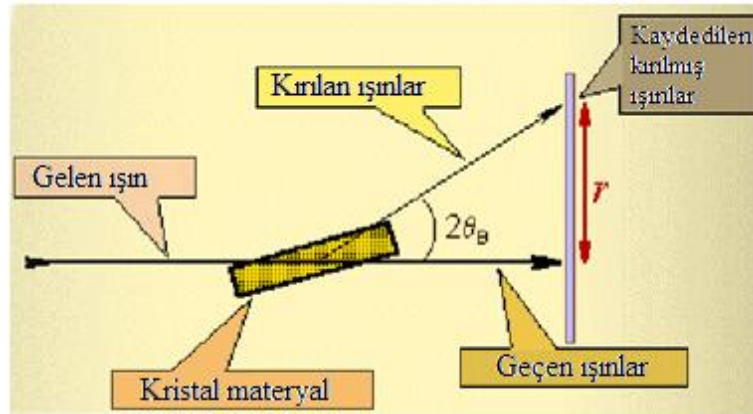
Şekil 3.5. XRD cihazı

*Atatürk Üniversitesi YüzeY Teknolojileri ve Biyomekanik Laboratuvarı

Hedef malzeme üzerine gönderilen monokromatik X-ışınları malzeme ile etkileştiğinde, x-ışınları malzemenin atomlarına çarparak saçılır. DüZgün bir kristal yapıya sahip olan malzemede, saçılan x-ışınları yapıcı veya yıkıcı (malzemeye zarar veren) girişime uğrar. Bu kırınım sürecini oluşturmaktadır.

(3.1)

(λ = Dalga boyu, d =tabakalar arası mesafe)

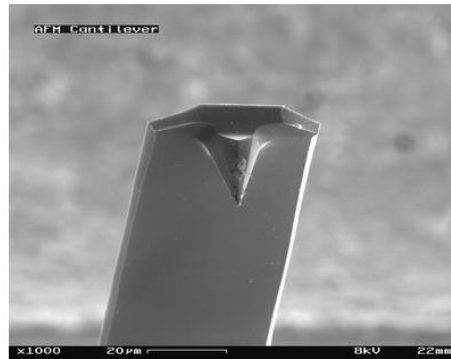


Şekil 3.6. XRD kırınım mekanizması

Kristalde oluşan bu kırınımı Bragg yasası (Denklem 3.1) yardımı ile tanımlanmaktadır. Mümkün olan difraksiyon doğrultuları malzemenin birim hücresinin büyüklüğüne ve simetrisine bağlıdır. Kırınım yoğunluğu ise atomların çeşidine ve dizilişine bağlıdır. Malzemeden kırılarak çıkan bu x ışınları bir dedektör yardımı ile toplanarak malzemenin yapısı hakkında ipuçları vermektedir. Toz numunelere uygulanan x-ışını kırınımı sonucu kristal yapısının yanı sıra, tane boyutu ve tercihli yönlenme gibi özellikler belirlenebilmektedir. Aynı zamanda, içerdiği fazlar hakkında bilgi sahibi olunmayan numunelerin analizi sonucunda elde edilen verilerin ilgili veri tabanı ile karşılaştırılması sonucu numunenin içerdiği fazlar belirlenebilmektedir. Rietveld analizi gibi yöntemlerin kullanılmasıyla numunenin içerdiği bileşenlerin göreceli olarak miktar oranları belirlenebilmektedir (Moore *et al.* 1997).

3.2.3. Atomik kuvvet mikroskobu (AFM)

AFM, 1986'da Heinrich Rohrer ve Gerd Binnig tarafından keşfedildi (Blanchard 1996). Atomik kuvvet mikroskobu, o zamandan bugüne dek yüzey özelliklerini ve malzeme topografisinin incelenmesinde vazgeçilmez bir cihaz olmuştur. Stanford Üniversitesi'nde çalışmalarını yürüten Özgür Şahin ve ekibi de geliştirdiği bir teknikle AFM'nun kalitatif incelemesini mümkün hale getirdi.



Şekil 3.7. AFM Manivelası

*nanoturkiye.blogspot.com/2008/04/nano-101-atomik-kuvvet-mikroskopu.html

AFM’de malzemenin yüzeyini incelerken her ne kadar ismi mikroskop da olsa ışık kullanılmamaktadır. AFM’nin temeli, birkaç atom çapında inceltilmiş özel bir ucun (manivela ya da tip) numune yüzeyine çok düşük kuvvet tatbiki yapacak şekilde değerlendirilmesine dayanır bu şekilde numuneye değerek malzemeyi tarayabilmektedir. Aletin çalışma ilkesi, gerçekte dokunmaya dayanmaktadır. Neredeyse bir atoma kadar sivriltilmiş ucu ile bir yüzeydeki atomlara dokunulduğunda oluşan kuvvetlere dayanarak yüzeyin şeklini bulmak, atomik kuvvet mikroskobu ile sağlanabilmektedir.



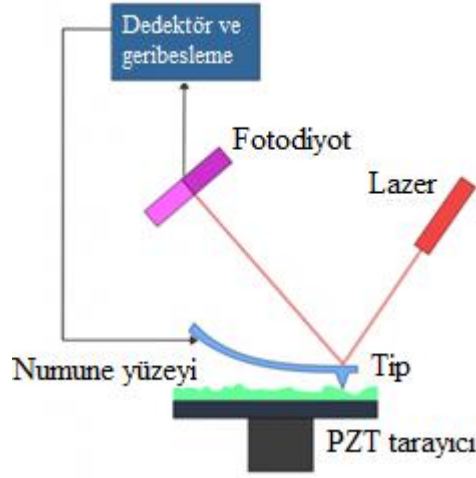
Şekil 3.8. AFM cihazı

*Atatürk Üniversitesi Nano Teknoloji Laboratuvarı

Atomik kuvvet mikroskobunda, kuvvet uygulanınca bükülebilen cetvel şeklinde gözle görülebilir bir yapı bulunmaktadır. Bükülme, kuvvetle doğru orantılıdır bundan dolayı bükülme ölçülerek dolaylı yoldan kuvvet ölçülebilmektedir.

Atomları görebilmek için kullanılan sert sivri uç, cetvel biçimindeki bu yapının bir ucunda bulunan, ama cetvele dik duran, iğnemsî bir yapıdır. Küçük iğneyi çıplak gözle görmek mümkün değildir. Sivri uç, bilgisayar işlemcilerini yapmak için kullanılan yöntem yardımı ile birkaç atom genişliğine kadar sivriltilmiştir. Bu küçük cetvel ve ucunda ona dik olarak duran iğne bir yüzeye yaklaştırıldığında, iğne yüzeye temas eder etmez cetvel bükülmeye başlar.

Cetvel bir yüzey üzerinde gezdirilirken oluşan bükülme, yüzeydeki atom ve moleküllerin oluşturduğu tepe ve çukurları algılayabilmektedir. Bir bilgisayar yardımı ile cetveldeki ölçülebilir bükülmeler bir lazer yansıması yardımı ile kaydedilerek yüzeyin şekli bulunur. Atomik kuvvet mikroskobunun çalışması, basitçe bu mantığa dayanır (Wiesendanger 1994).



Şekil 3.9. AFM çalışma mantığı

*www.iap.tuwien.ac.at/www/atomic/instrumentation/afm

3.2.4. Enerji dağılımlı X-ışını analiz (EDX)

SEM içerisinde bulunan bir ölçüm sistemidir. Enerji dağılım X-ışını analizi, nicel ve nitel element analizleri için bir yöntemdir. Bu yöntem mikrometre mertebesinde, uzaysal bir çözümle hızlı ve yıkıcı olmayan kimyasal analiz sistemidir. Numune üzerine gönderilen elektron demetinin numuneye çarpması sonucu açığa çıkan ışınlarının enerjilerine göre ayrımı yapılarak ölçüm oluşturulmaktadır.

Numuneden yayılan x ışınları bir dedektör yardımı ile toplanarak işleme konur. Bu dedektör genellikle lityum ile katkılanmış silisyum tek kristalinden oluşur. Bu kristal içinde lityum difüzyonunu engellemek için düşük sıcaklıkta tutulması gerekmektedir (örneğin sıvı azot ile soğutma yapılır).

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

4.1. Cam Üzerine Kaplama

Bu çalışmada DC ve r.f. sıçratma kullanılarak ince film büyütme tekniği yardımı ile numuneler hazırlandı.

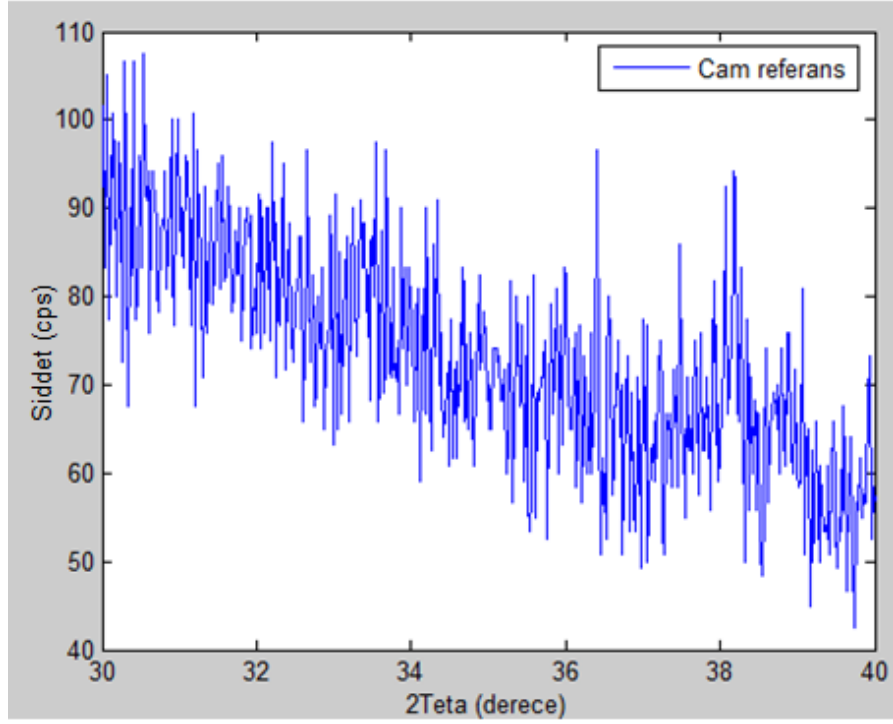
Çinko oksit büyütme işlemi öncelikle silisyum üzerine değil de cam üzerine yapıldı. Bunun nedeni ise silisyumun maliyet bakımından camdan daha pahalı olmasıdır. Doğru parametrelerin saptanmasının ardından silisyum tabanlı numuneler hazırlandı. Numuneler SPT- olarak kodlandı. Her numunenin kodu ve parametreleri şu şekildedir.

Çizelge 4.1. Numune parametreleri

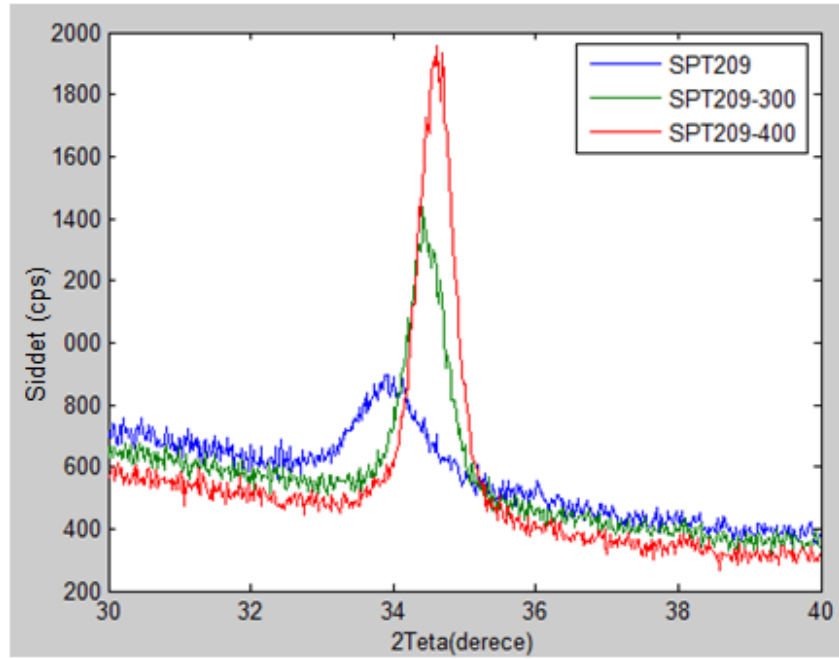
	Hedef	Alt taş	Ar (ccm)	O2(ccm)	Baş. Bas. (10^{-7} torr)	Bitiş Bas. (10^{-3} torr)	Süre(dakika)
SPT 209	Zn	cam	10	4	5,6	2,6	10
SPT 210	Zn	cam	10	2,6	4,8	2,3	10
SPT 211	Zn	cam	10	2	6,2	2,2	10
SPT 212	Zn	cam	10	1,4	5,4	2,2	10
SPT 213	Zn	cam	10	1	5,9	2,1	10
SPT 214	Zn	cam	10	1,2	7,7	2,2	30
SPT 215	Zn	Si ve SiO ₂	10	1,2	4,8	2	30
SPT 216	Zn	Si	10	1,2	1,9	2,1	30
SPT 217	Zn	cam	10	1,2	3,9	2,1	30+ 30 sn Zn
SPT 218	Zn	Porous	10	1,2	5,7	2,1	30

Cam numuneler ile yapılan ön çalışma sonucu gerekli fabrikasyon parametreleri saptandı. Belirlenen bu parametreler ile Si, SiO₂, cam ve gözenekli silisyum numuneleri üzerine çinko kaplama işlemi gerçekleştirildi. SPT 214 numunesinin sıçratma süresi, ince film kalınlığını arttırmak için, diğer numunelerden daha uzun tutuldu. Deneme amaçlı yapılan bu sıçratma, SPT 214 numunesinin kalınlığının uygun görülmesinin ardından diğer numunelerin de sıçratma süresi SPT 214 ile aynı süre ve 30 dakika olarak belirlendi. Deneme aşamasında doğru parametrelerin bulunması için farklı parametrelerde hazırlanan cam alt taşlı çinko oksit numunelerin optik soğurma spektrumlarına ve XRD analizlerine bakıldı.

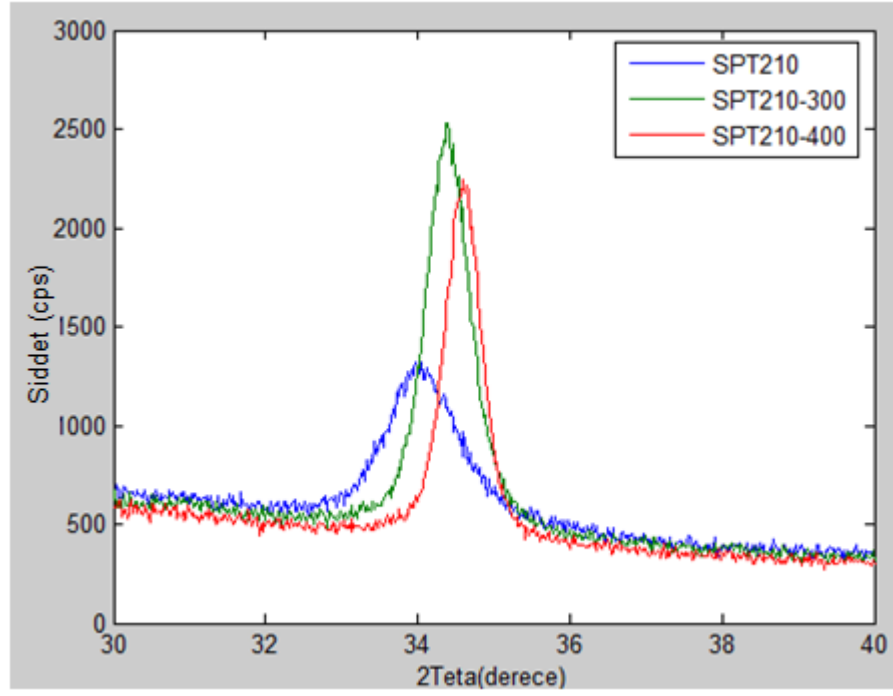
4.1.1. Cam numunelerin XRD analizleri



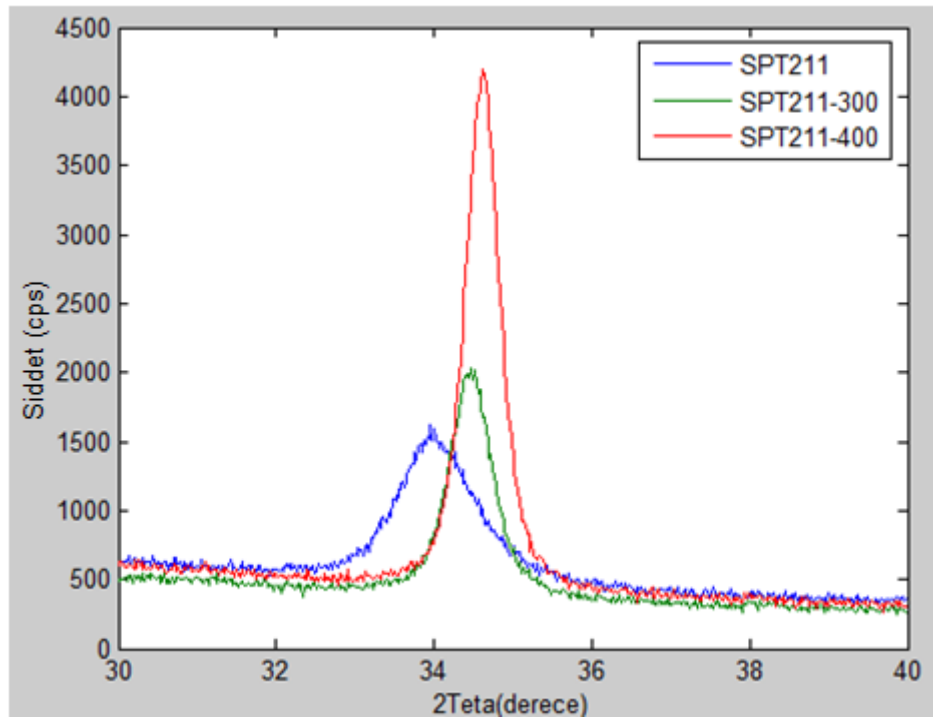
Şekil 4.1. Cam referans



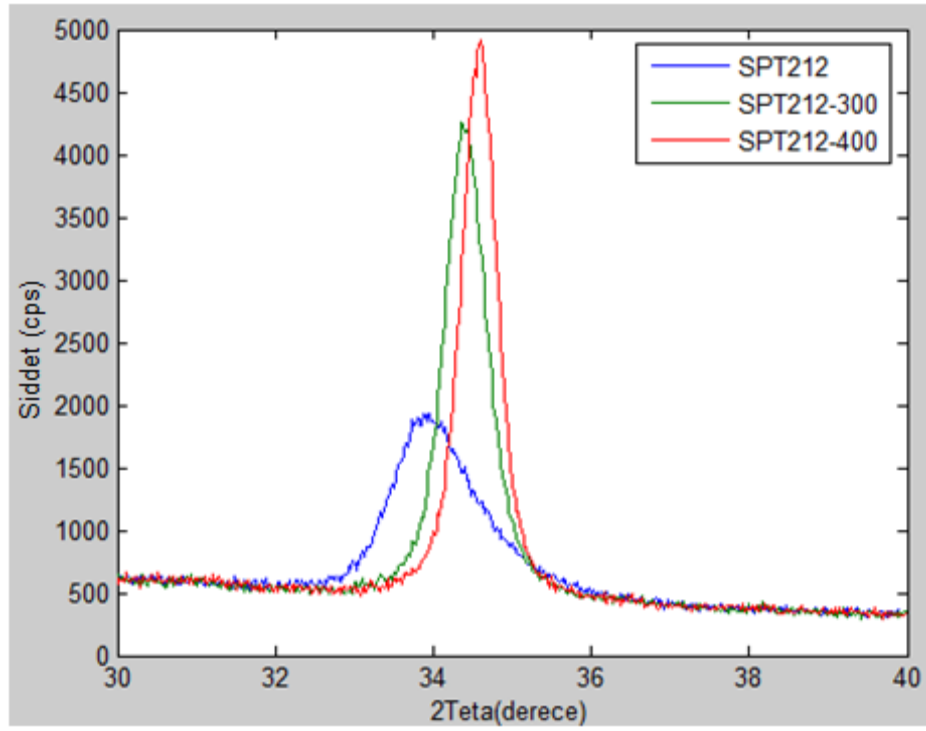
Şekil 4.2. SPT209 numunesinin tavlınmamış, 300°C ve 400°C'de tavlınmış numuneleri



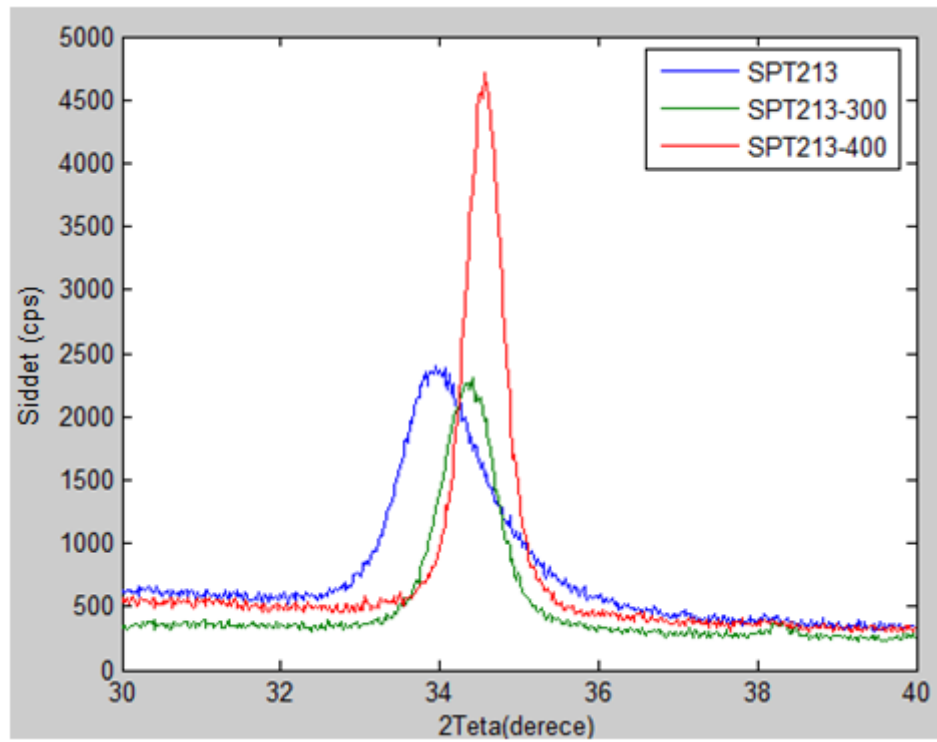
Şekil 4.3. SPT210 numunesinin tavlınmamış, 300°C ve 400°C’de tavlınmış numuneleri



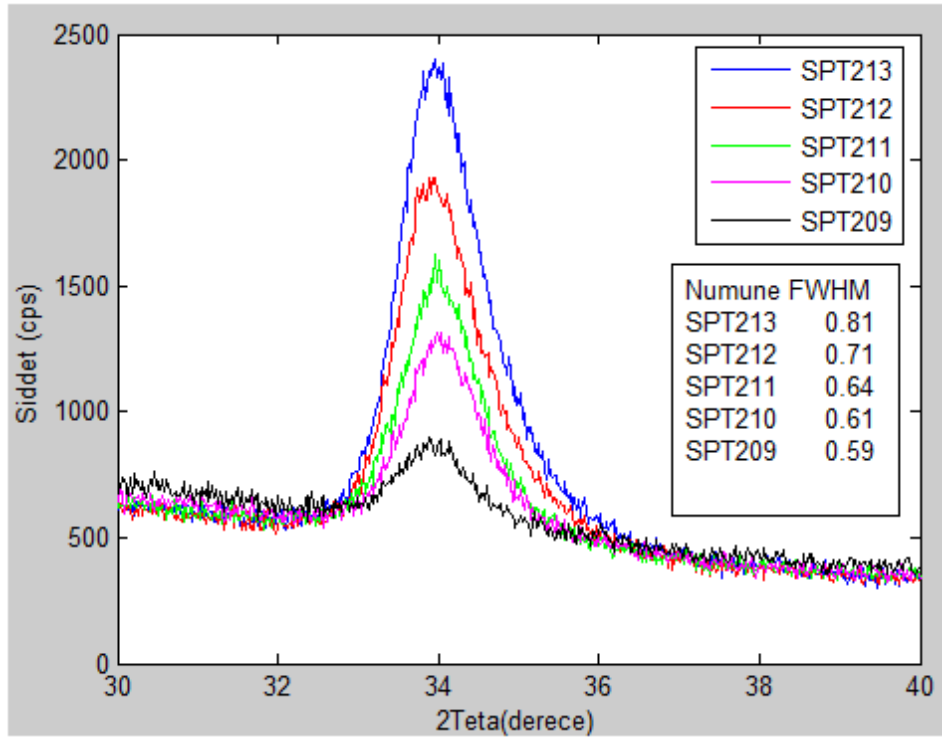
Şekil 4.4. SPT211 numunesinin tavlınmamış, 300°C ve 400°C’de tavlınmış numuneleri



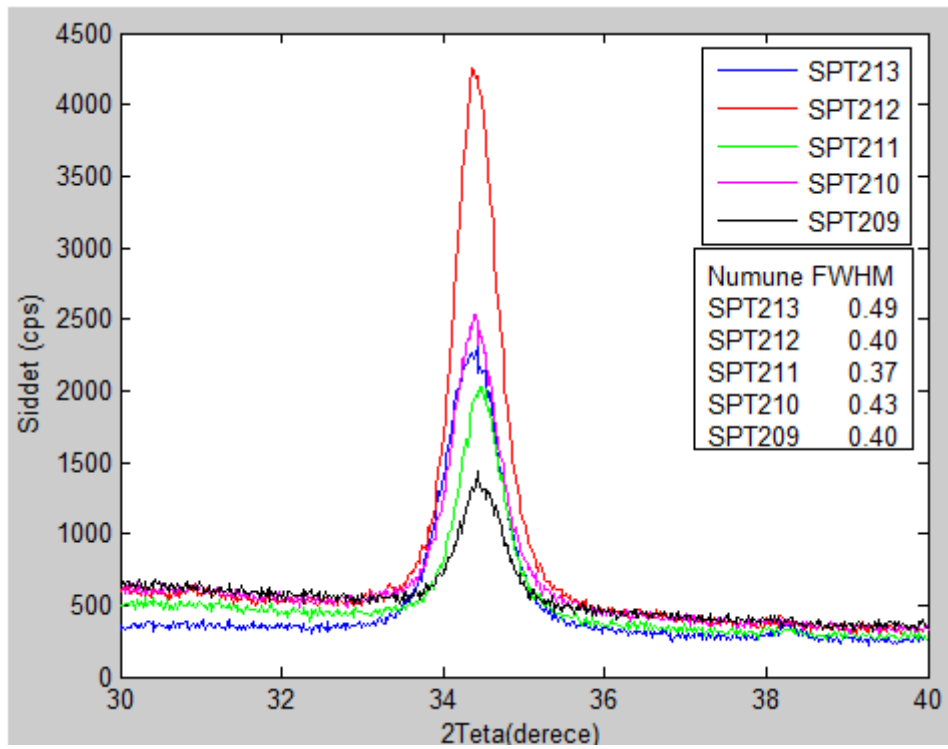
Şekil 4.5. SPT212 numunesinin tavlınmamış, 300°C ve 400°C’de tavlınmış numuneleri



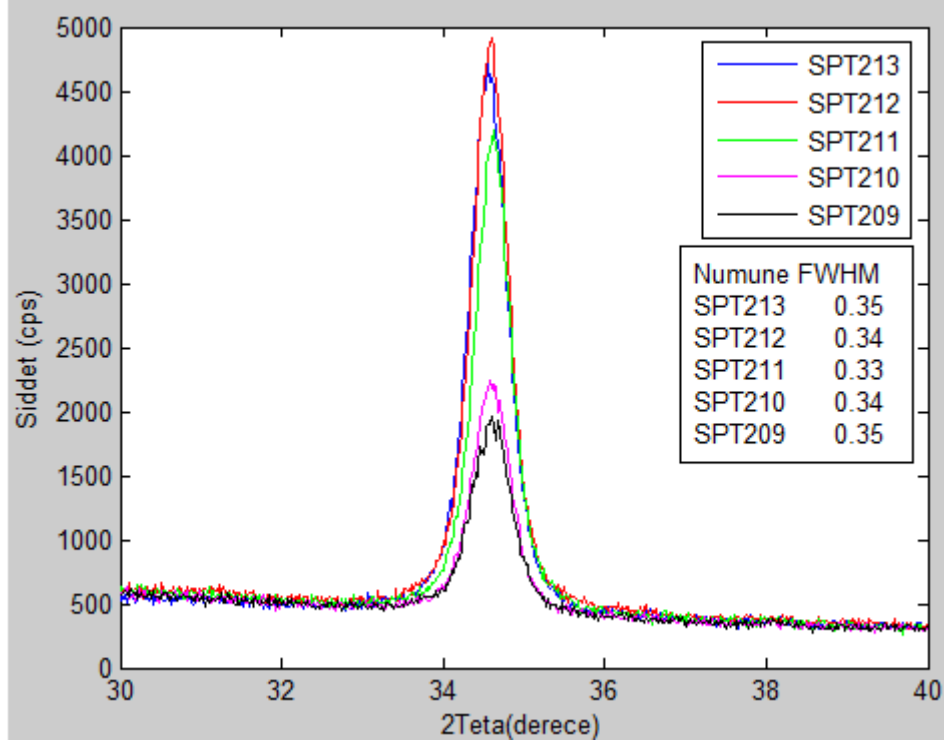
Şekil 4.6. SPT213 numunesinin tavlınmamış, 300°C ve 400°C’de tavlınmış numuneleri



Şekil4.7. Tavlanmamış cam alt taşı numuneler



Şekil 4.8. 300°C tavlanmış cam alt taşı numuneler

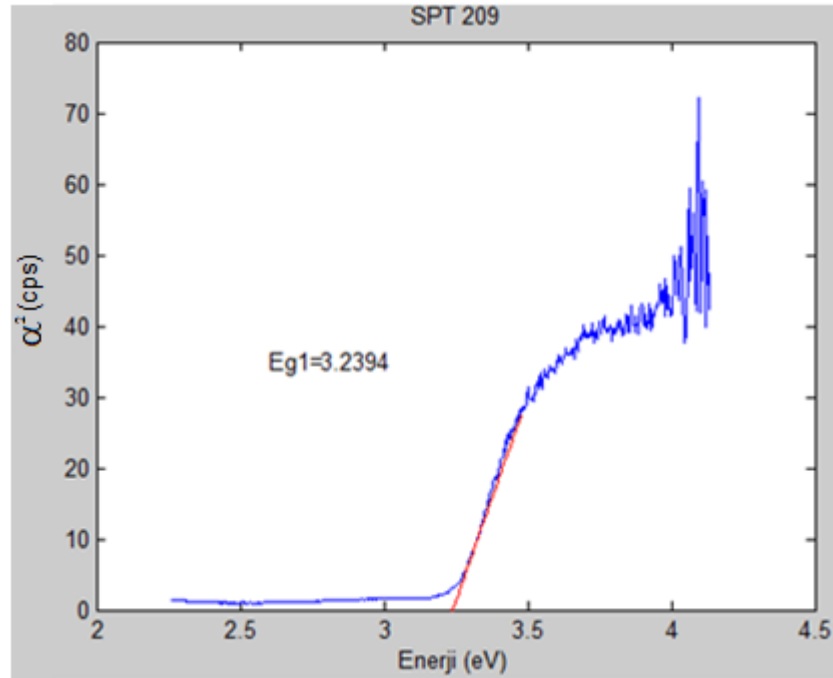


Şekil 4.9. 400°C’de tavllanmış cam alt taşlı numuneler

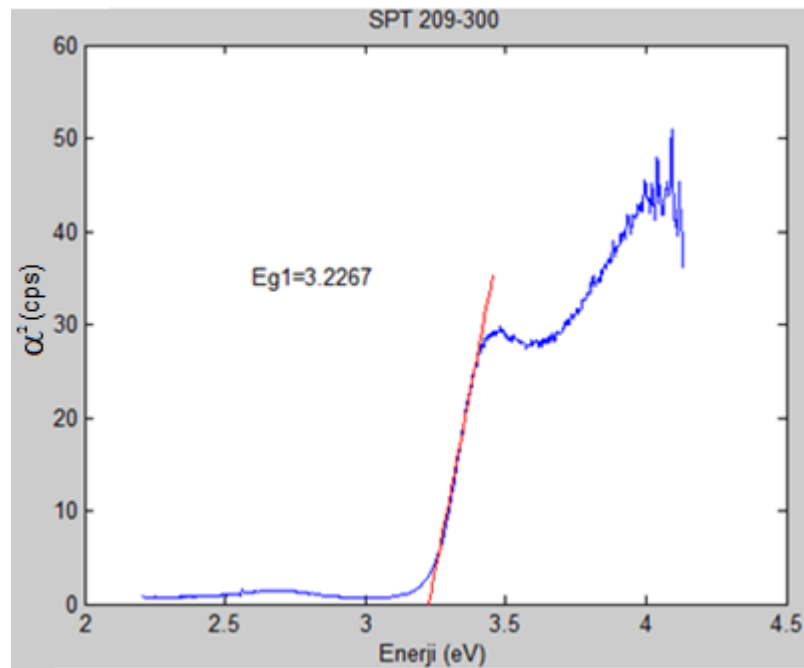
Cam alt taşlar üzerine büyütülen çinko oksit ince filmlerin XRD ölçüm sonuçlarından anlaşıldığı üzere sıcaklığın büyüme yönünde ve kristal yapısındaki etkisi dikkate değer bir şekilde fazladır. Tüm numunelerde sıcaklığın artışı ile birlikte çinko oksidin c-ekseni yönelimi de sıcaklığa bağlı olarak artmaktadır. XRD ölçümlerinde ayrıca sıcaklık artışına bağlı olarak her numunenin yarı yükseklik genişliği (FWHM) de değişmektedir. Düşük sıcaklıklarda bu değer çok yüksek olduğu görülmektedir. Sıcaklık artışıyla birlikte FWHM değerinin giderek azaldığı gözlemlenmektedir. Bu da FWHM’nin sıcaklığa bağlı olarak değiştiği sonucunu vermektedir.

Sıcaklık artışı ile birlikte alt taş malzeme üzerine büyütülen ince filmin tanecik yapılarında da değişme meydana gelmektedir. FWHM değeri ile tanecik büyüklüğü arasında ters oran olduğundan dolayı FWHM değerinin azalması ile birlikte tanecik büyüklüğü artacaktır. Bu da sıcaklığın artışı ile tanecik büyüklüğü artacaktır sonucunu vermektedir.

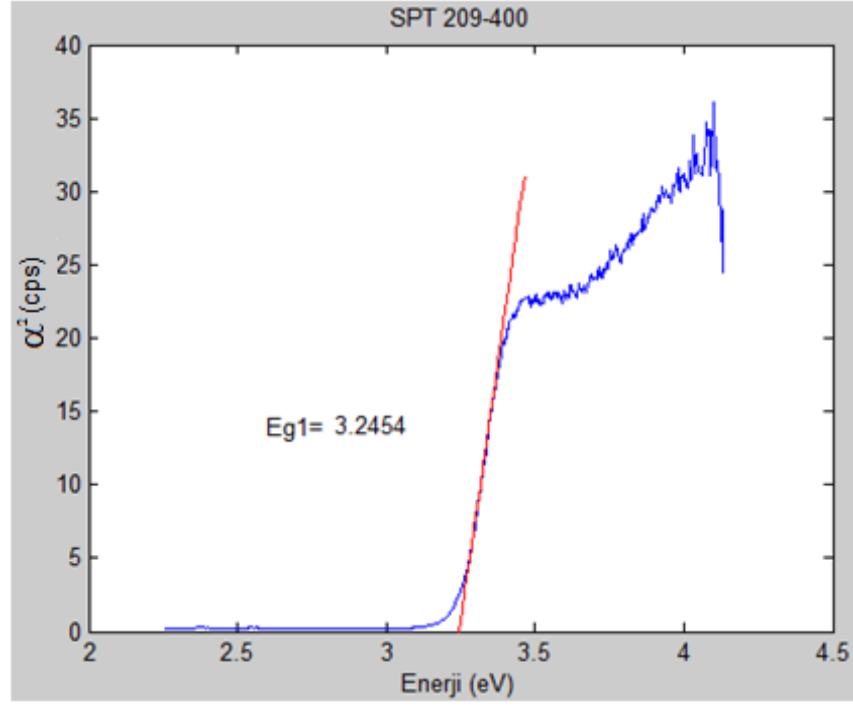
4.1.2. Numunelerin optik geçirgenlik ölçümleri



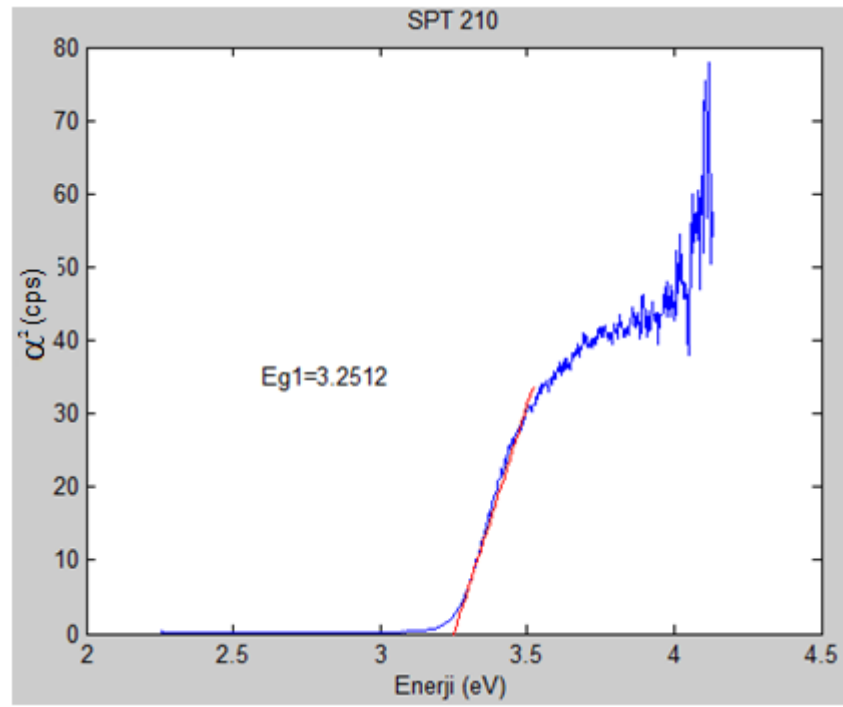
Şekil 4.10. SPT209 α^2 'ye karşılık enerji grafiği



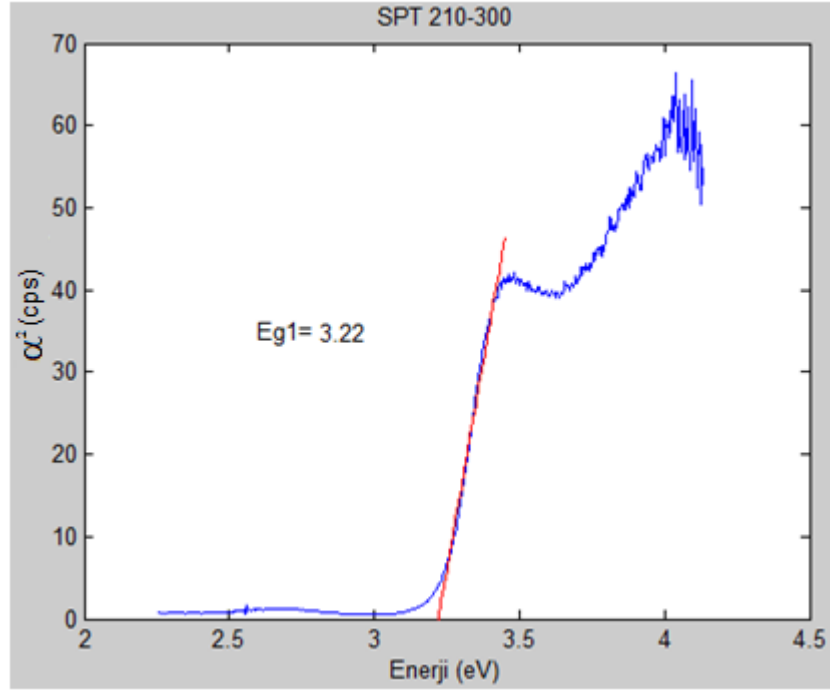
Şekil 4.11. 300°C'de tavlanan SPT209 numunesinin α^2 'ye karşılık enerji grafiği



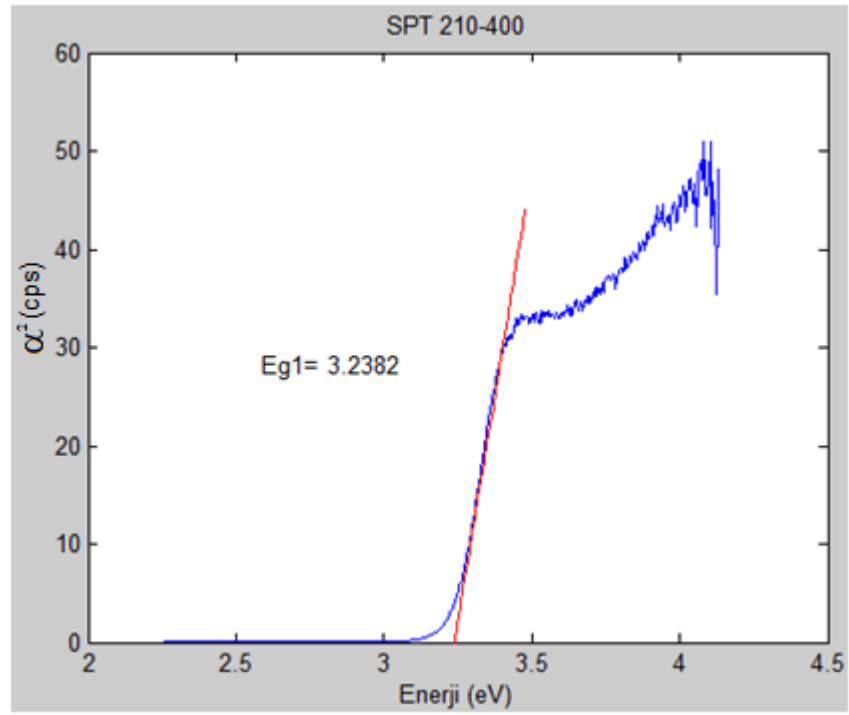
Şekil 4.12. 400°C’de tavlanan SPT209 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiği



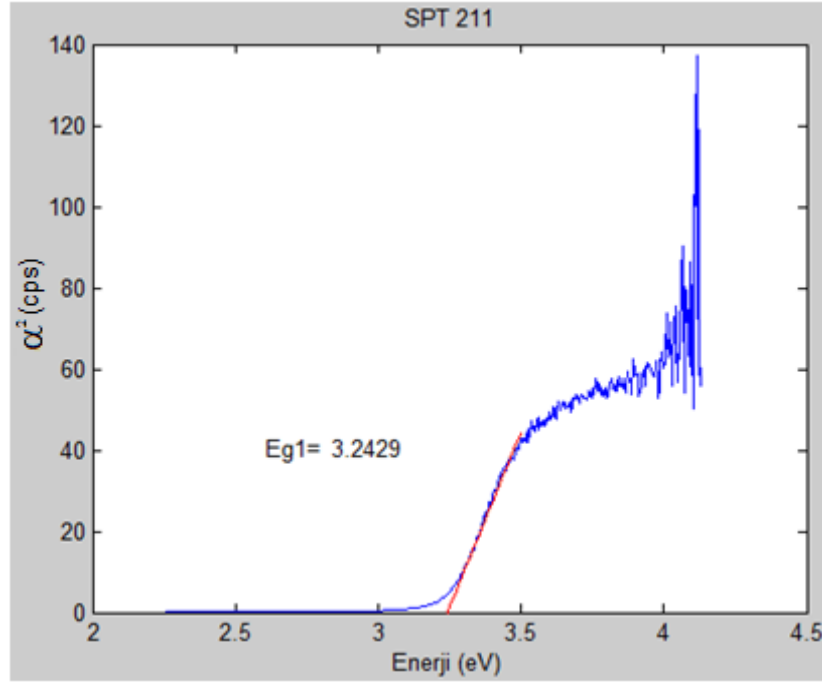
Şekil 4.13. SPT210 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiği



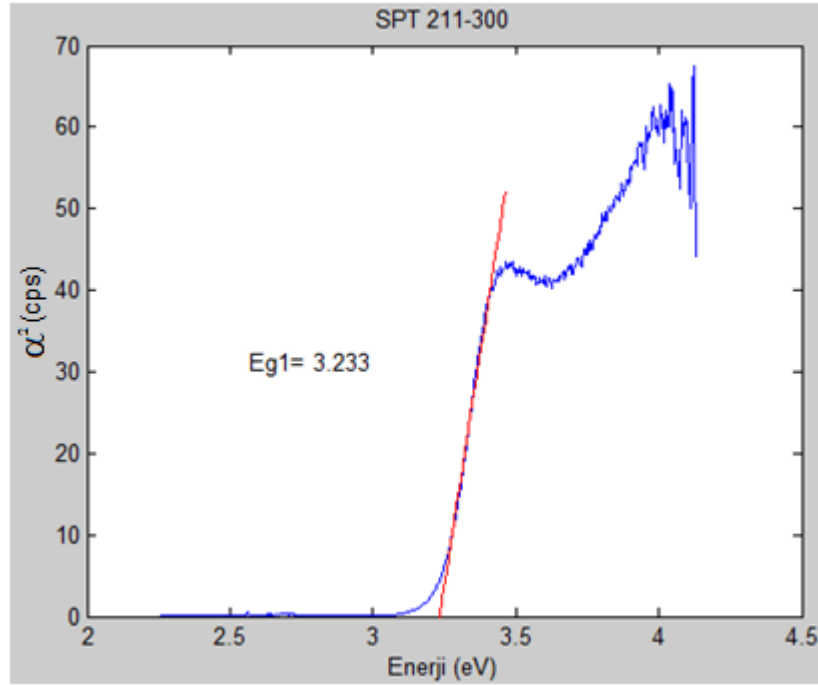
Şekil 4.14. 300°C’de tavlanan SPT210 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiği



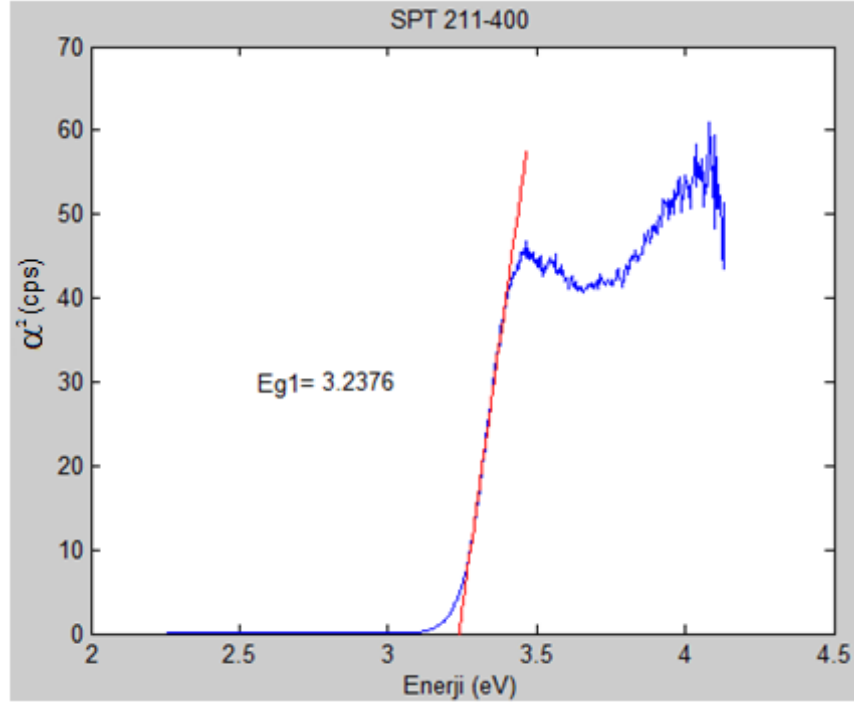
Şekil 4.15. 400°C’de tavlanan SPT210 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiği



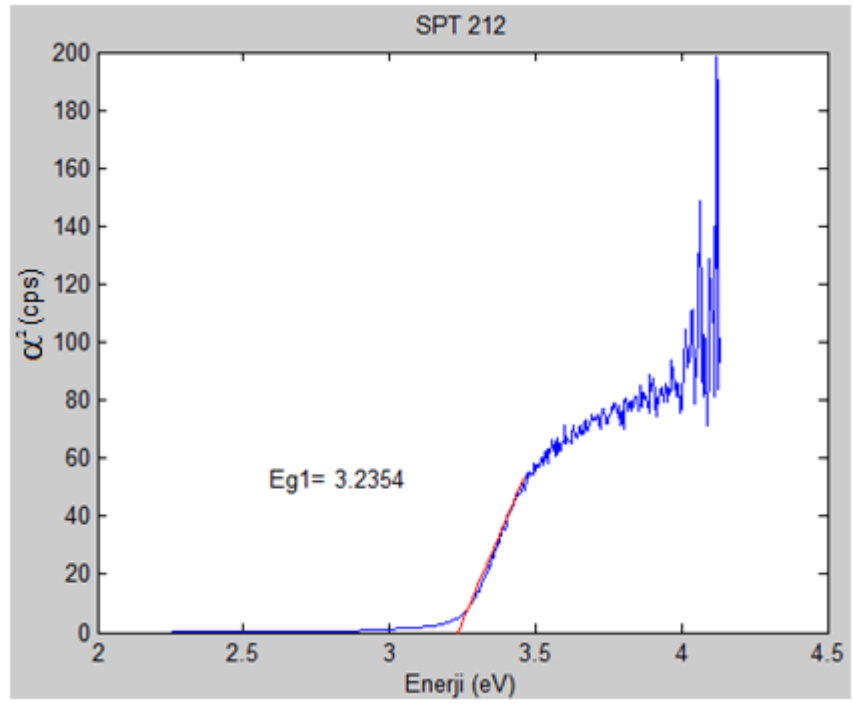
Şekil 4.16. SPT211 numunesinin α^2 'ye karşılık enerji grafiği



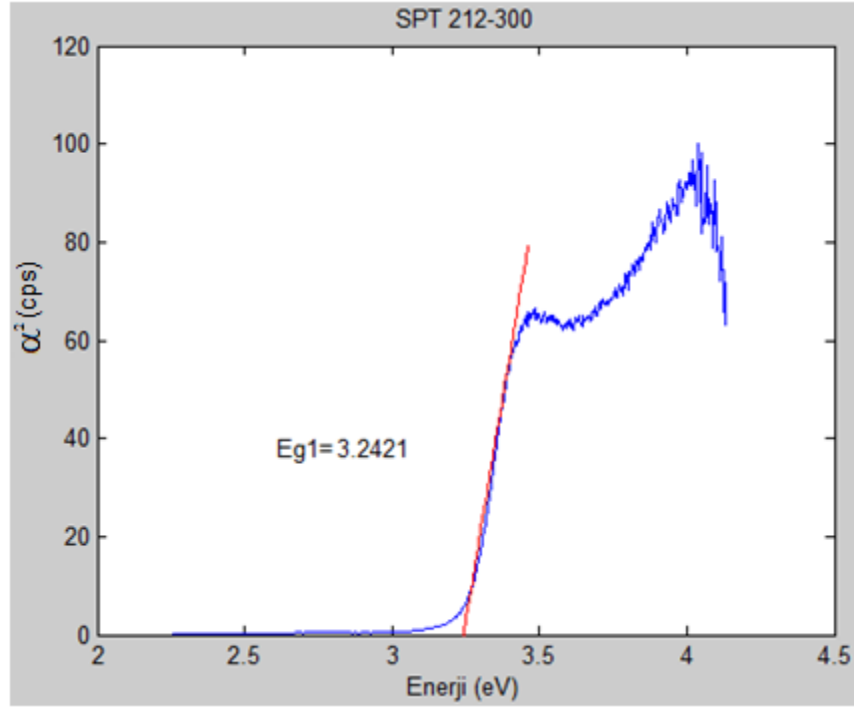
Şekil 4.17. 300°C'de tavlanan SPT211 numunesinin α^2 'ye karşılık enerji grafiği



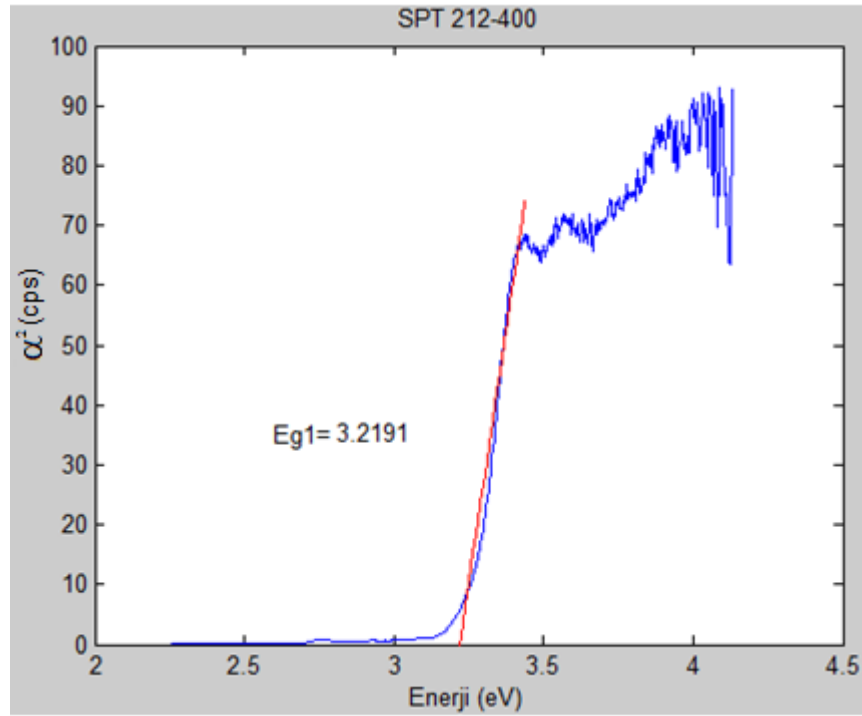
Şekil 4.18. 400°C’de tavlanan SPT211 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiği



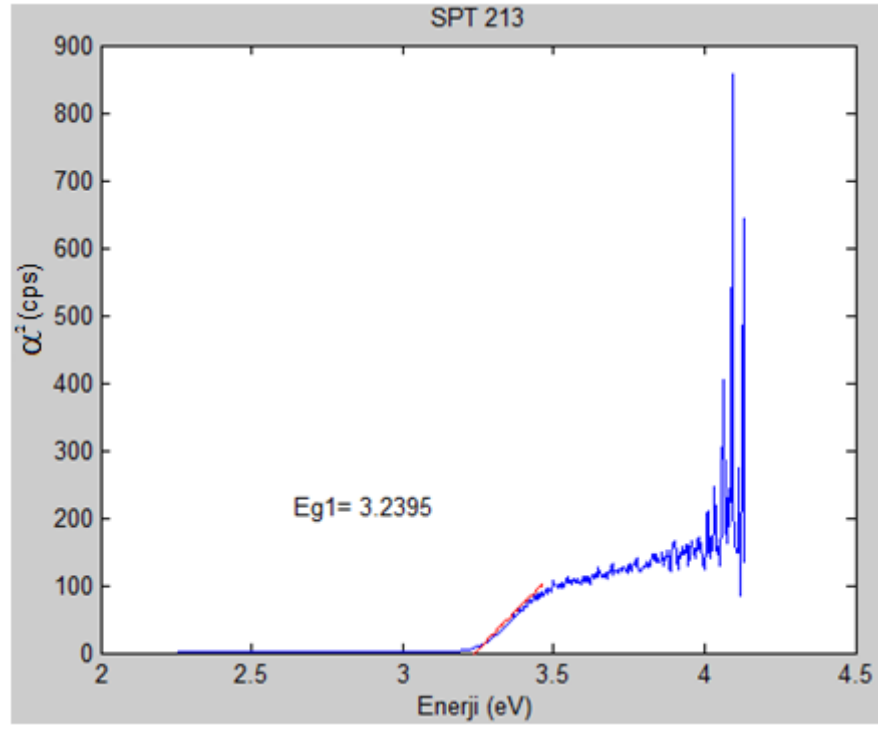
Şekil 4.19. SPT212 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiği



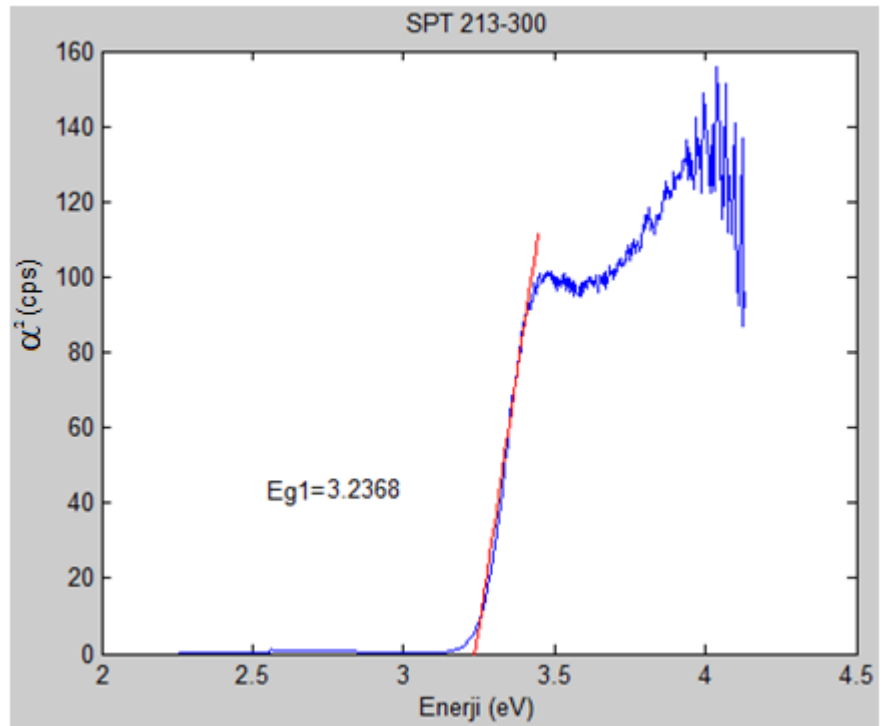
Şekil 4.20. 300°C’de tavlanan SPT212 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiği



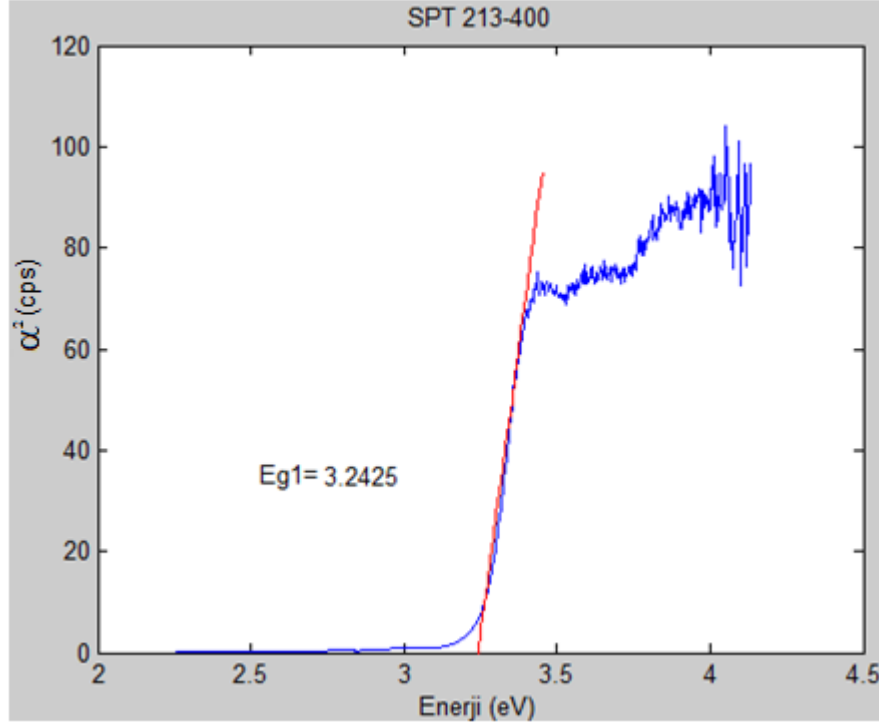
Şekil 4.21. 400°C’de tavlanan SPT212 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiği



Şekil 4.22. SPT213 numunesinin α^2 'ye karşılık enerji grafiği



Şekil 4.23. 300°C'de tavlanan SPT213 numunesinin α^2 'ye karşılık enerji grafiği



Şekil 4.24. 400°C’de tavlanan SPT213 numunesinin α^2 ’ye karşılık enerji grafiği

Cam üzerine çinko oksit kaplanan numunelerden soğurma ve optik geçirgenlik ölçümleri alındı. Her numunenin soğurma ölçümü alınmadığından optik geçirgenlik ölçümlerinden yararlanarak her ince filmin yasak enerji aralığı hesaplandı.

Optik geçirgenlik ölçüm verilerinden yararlanarak α^2 ’ye karşılık enerji grafiği çizildi. Oluşan grafik üzerinde herhangi iki nokta alınarak bu iki noktadan geçen bir doğru çizildi. Çizilen bu doğrunun eğimi bulundu. Doğrunun x eksenini kestiği nokta E_g ’yi göstermektedir. Bu yüzden hesaplanan eğimden bu doğrunun, x eksenini kestiği nokta bulunarak E_g hesaplandı (Çizelge 4.2).

Hesaplamalar sonucunda da görüldüğü gibi farklı numunelerden elde edilen E_g neredeyse aynı değerdedir. Bundan anlaşılıyor ki çinko oksidin E_g ’si üzerinde büyütme şartlarının ve tavlamanın bir etkisi yoktur.

Çizelge 4.2. Optik geçirgenlik ölçümlerinden elde edilen yasak enerji aralığı değerleri.

Numune	Tavlama sıc.(°C)	E _g
SPT 209	Tavlanmamış	3.2394
SPT 209	300	3.2267
SPT 209	400	3.2454
SPT 210	Tavlanmamış	3.2512
SPT 210	300	3.2200
SPT 210	400	3.2382
SPT 211	Tavlanmamış	3.2429
SPT 211	300	3.2330
SPT 211	400	3.2376
SPT 212	Tavlanmamış	3.2354
SPT 212	300	3.2421
SPT 212	400	3.2191
SPT 213	Tavlanmamış	3.2395
SPT 213	300	3.2368
SPT 213	400	3.2425

4.2. Si, SiO₂ ve Gözenekli-Si Alt Taşları Üzerine Büyütülen Numuneler

Cam numuneler üzerine ZnO büyütme aşamasında belirlenen en etkin parametreler kaydedilerek Si, SiO₂ ve gözenekli silisyum (Porous-Si) alt taşları içinde aynı parametreler kullanıldı. Silisyum numuneler temizleme sürecinde öncelikle 10 dakika aseton içerisinde ultrasonik cihazda yıkandı. Bu aşamadan sonra numuneler belli bir süre deiyonize su ile yıkandılar. Ardından yine 10 dakika metanol içerisinde ultrasonik cihazda tekrar yıkandı. Bir süre de deiyonize suda bekletildikten sonra 30 saniye %10'luk hidroflorik asit içerisinde bekletildi. Son olarak deiyonize su ile durulama yapılarak temizleme işlemi bitirildi.

4.2.1. SiO₂ ve gözenekli silisyum alt taş oluşturulması

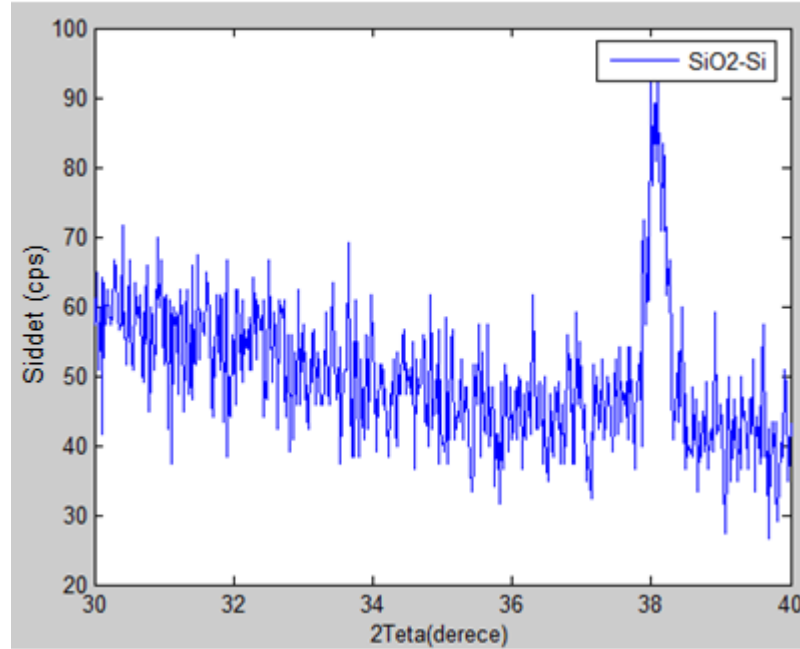
Temizlenen silisyum numuneleri 30ccm oksijen gazı altında 1100°C sıcaklıkta bir saat süre ile tavlansarak silisyum oksit alt taş elde edildi.

Gözenekli Silikon oluşum aşamaları:

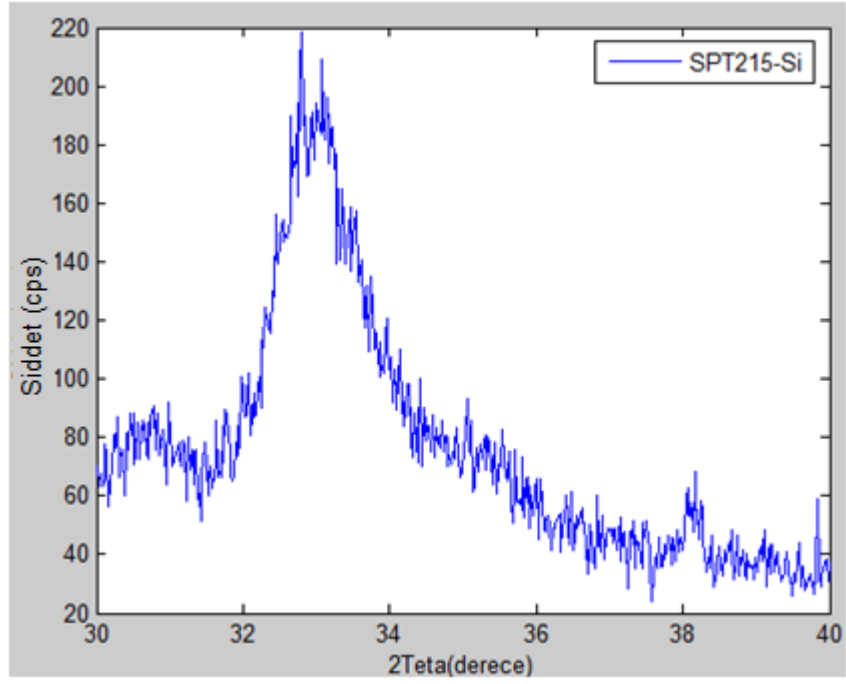
- a-10 saniye indeks matching layer ($100\text{mA}/\text{cm}^2$ 'den $10\text{mA}/\text{cm}^2$ 'ye),
- b-5 dakika $20\text{mA}/\text{cm}^2$ anodik dađlama,
- c- Numuneyi yerinden çıkarmadan birkaç kez deiyonize su ile yıkama,
- d- $1\text{M H}_2\text{SO}_4$ 'te 5 dakika $6\text{mA}/\text{cm}^2$ anodik oksidasyon,
- e- Durulama ve kurulama.

Gözenekli silisyumlar, bu işlemlerden sonra 1-decene içerisinde (Alkalin grubu organik kimyasal-karbon kaynađı) 120°C 'de 24 saat süre ile bekletilerek karbonlanma sağlandı. Ardından 1100°C 'de argon gazı altında 1 saat tavlansarak "tavlanmış karbonize gözenekli silisyum elde edildi." (Karacalı ve Çiçek 2011).

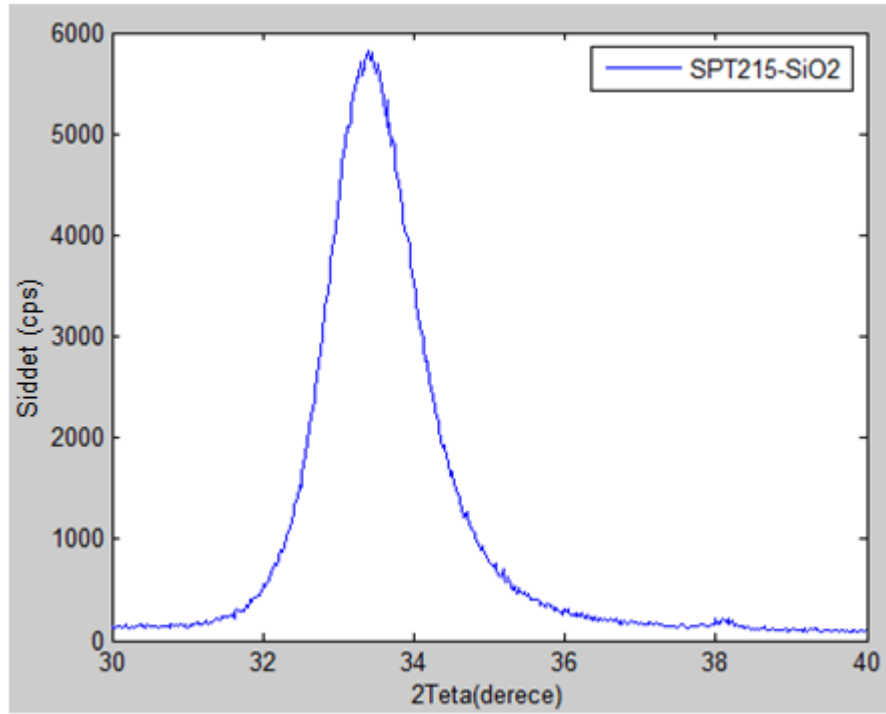
4.2.2. Si, SiO₂ ve gözenekli-Si alt taşlı numunelerin XRD analizleri



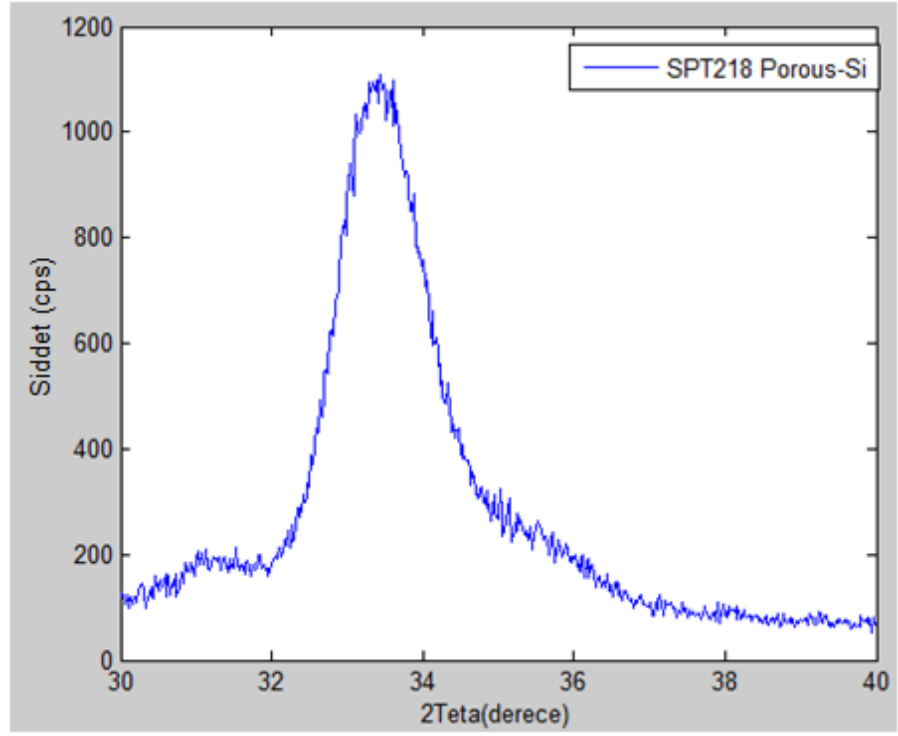
Şekil 4.25. SiO₂-Si numunesinin XRD spektrumu



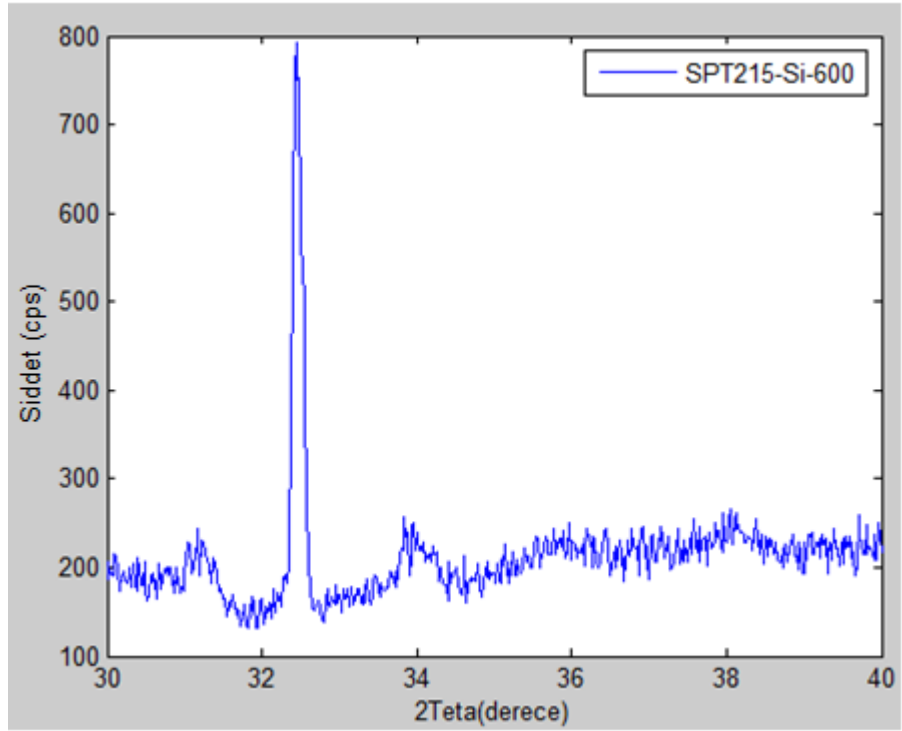
Şekil 4.26. Tavlanmamış SPT215-Si numunesinin XRD spektrumu



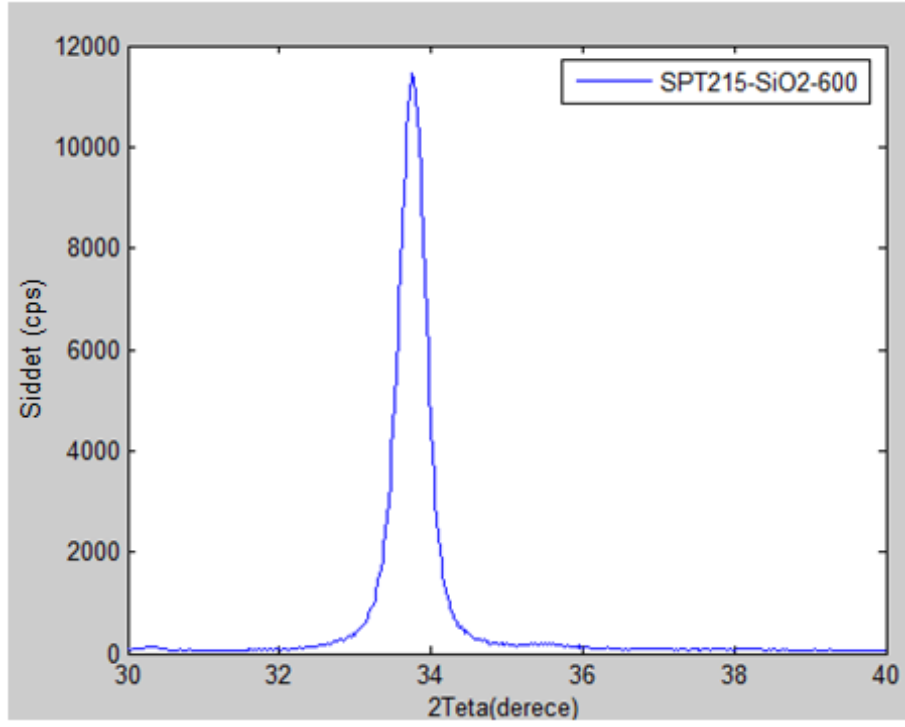
Şekil 4.27. Tavlanmamış SPT215-SiO₂ numunesinin XRD spektrumu



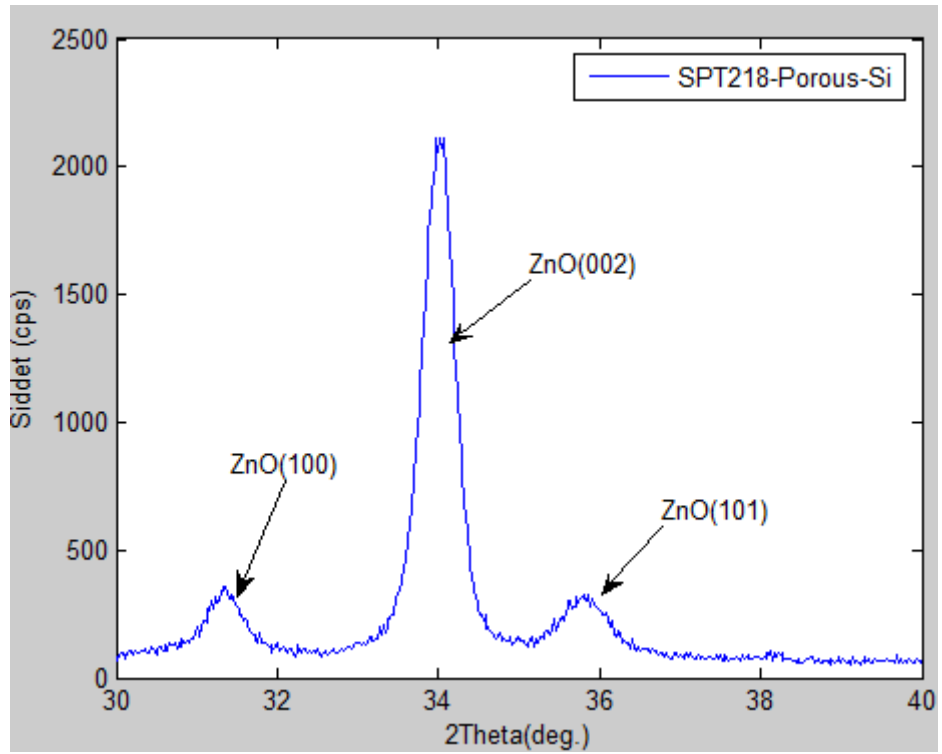
Şekil 4.28. Tavlınmamış SPT218-Gözenekli Si numunesinin XRD spektrumu



Şekil 4.29. Tavlınmış SPT215-Si numunesinin XRD spektrumu



Şekil 4.30. Tavllanmış SPT215-SiO₂ numunesinin XRD spektrumu



Şekil 4.31. Tavllanmış SPT218-Gözenekli Si numunesinin XRD spektrumu

Çizelge 4.3. İnce film kalınlıkları

Numune	Tavlama sıc.(°C)	Kalınlık (µm)
Gözenekli-Si	-	1.93
Gözenekli-Si	1100	3.26
SPT215-Si	-	0.545
SPT215-Si	600	0.593
SPT215-SiO ₂	-	0.597
SPT216	600	0.407
SPT218 (ZnO)	600	0.473
SPT218 (porous-Si)		3.727

Si, SiO₂ ve elde edilen gözenekli silisyum üzerine çinko oksit büyütülen numunelerin yansıma (reflection) ölçümleri alınarak numune kalınlıkları hesaplandı. Burada; n indis, a birinci tepe noktası ve b ikinci tepe noktası olmak üzere d kalınlığındaki ince filmin kalınlığı (4.1) denklemi ile bulunmaktadır.

$$d = \frac{a \cdot b}{\sqrt{a^2 + b^2}} \quad (4.1)$$

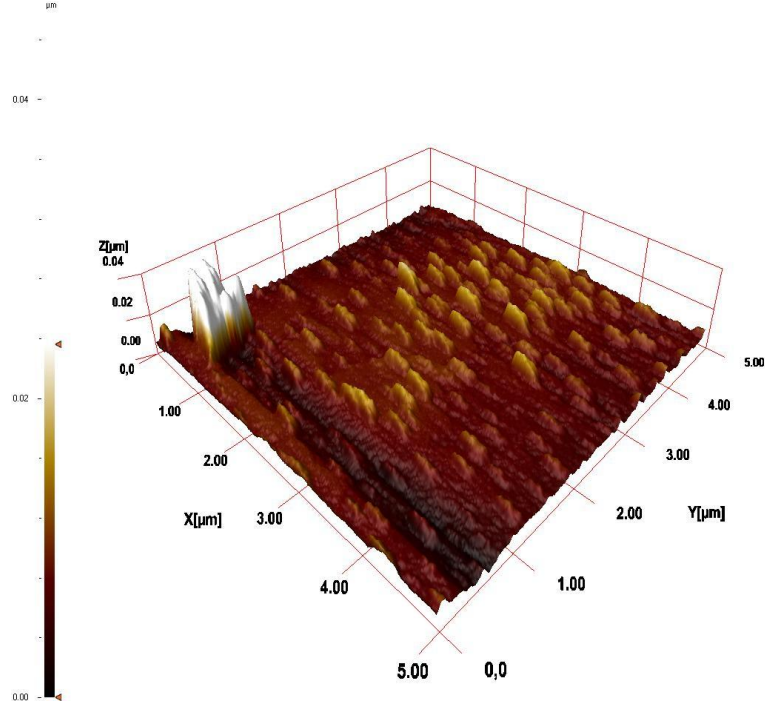
4.1

Her numuneye, cam numunelerde belirlenen parametreler altında 30 dakika süre ile argon gazı ve oksijen gazı altında sıçratma işlemi yapılarak ZnO ince filmi kaplandı. Kaplama sırasında numuneler üzerine büyütülen çinko oksidin alt taş malzemesi üzerinde homojen bir dağılım sergilemesi amacıyla numuneler plazma alanı içerisinde yatay ekseninde hareket ettirildiler. ZnO ile ince film kaplanan numuneler önce ZnO oluşunu artırmak için oksijen gazı altında 200°C'de 15 dakika süre ile tavlandı. Bu tavlamanın ardından aynı numune 15 dakika süre ile bu kez de kristal yapının oturması için 600°C sıcaklıkta tavlanaarak tavlama işlemine son verildi. Elde edilen numunenin XRD, AFM, SEM ve EDX ölçümleri yapıldı. Alınan sonuçlara göre kullanılan alt taşlar üzerindeki ZnO'nun yapısal ve karakteristik özellikleri incelendi. Elde edilen sonuçlara göre, gözenekli-Si alt taşlı ince filmin diğer alt taşlara göre FWHM değeri en küçük ve buna ters orantılı olan tanecik yapısı en büyüktür.

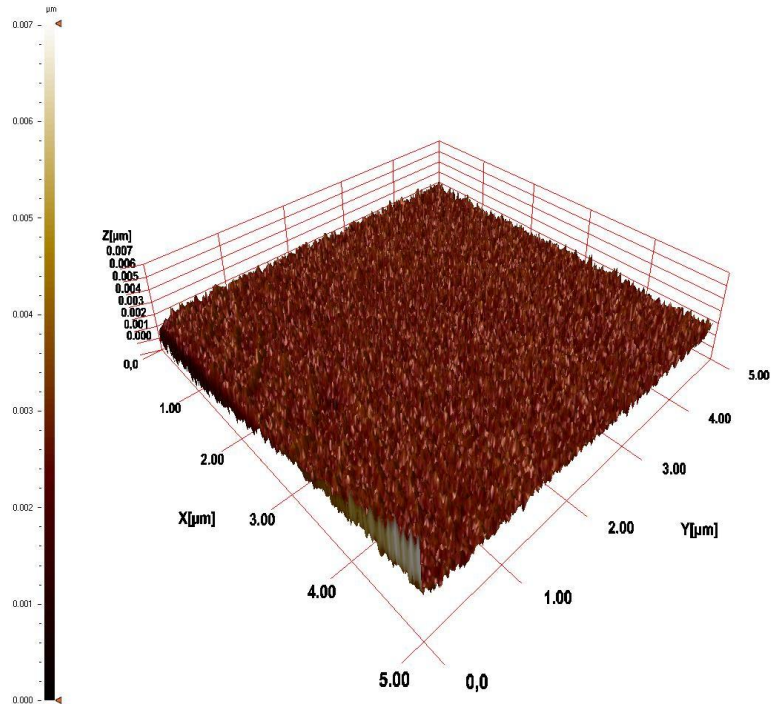
4.3. Numunelerin AFM Analizleri

Yüzey atomik yapısının ve bu yapıyla ilişkili elektronik özelliklerin belirlenmesi modern yüzey bilimi ve teknoloji için önemlidir. Birçok deneysel teknik ve teorik metot yüzeyin atomik, elektronik ve kimyasal bağ yapısını belirlemek için kullanılmaktadır. Yüzey topoğrafisini incelemek amacıyla laboratuvarımızda karakterizasyon tekniklerinden AFM ve STM kullanılmaktadır. Ama yapılan ölçümde yalnızca AFM analizi yapıldı.

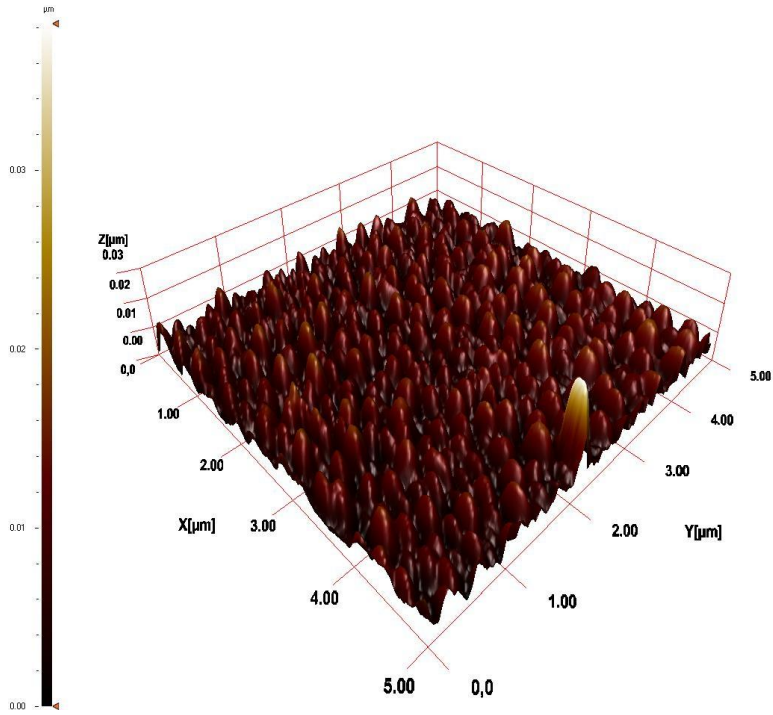
AFM analiz sonuçlarına göre farklı alt taşlar üzerinde büyütülen çinko oksit ince filmin tavlama ile yüzey yapısının değişimi gözlemlendi ve alt taş farklılığına göre en uygun yüzey belirlenmeye çalışıldı.



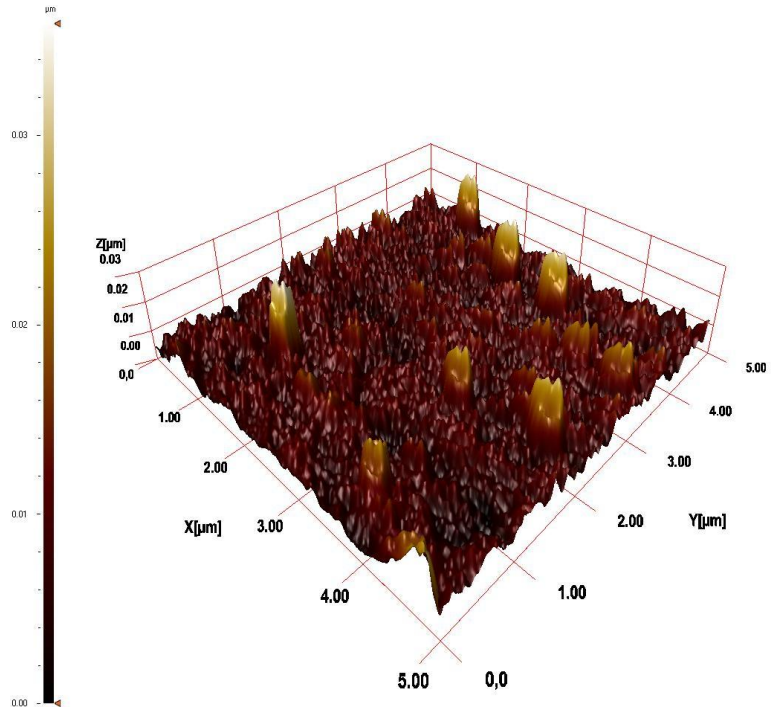
Şekil 4.32. Cam taban malzemenin AFM görüntüsü



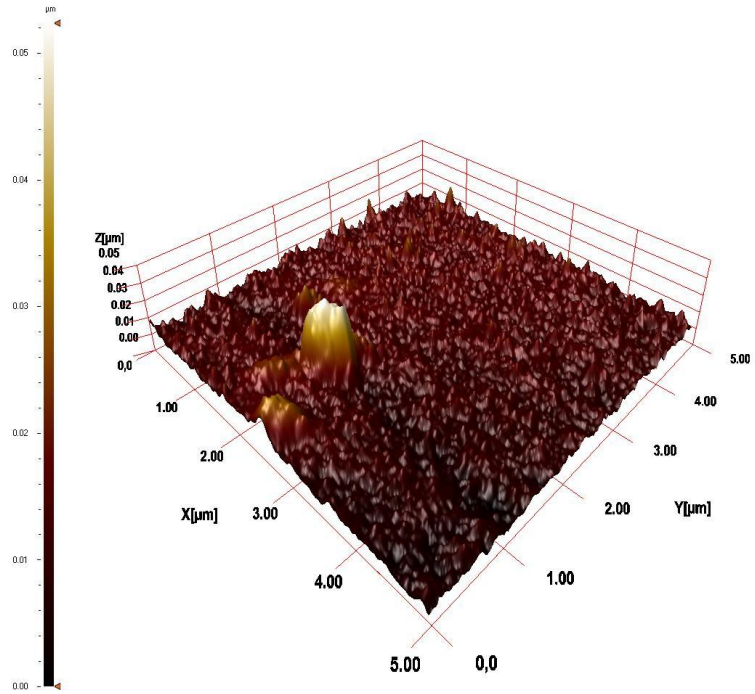
Şekil 4.33. Si-SiO₂ numunesinin AFM görüntüsü



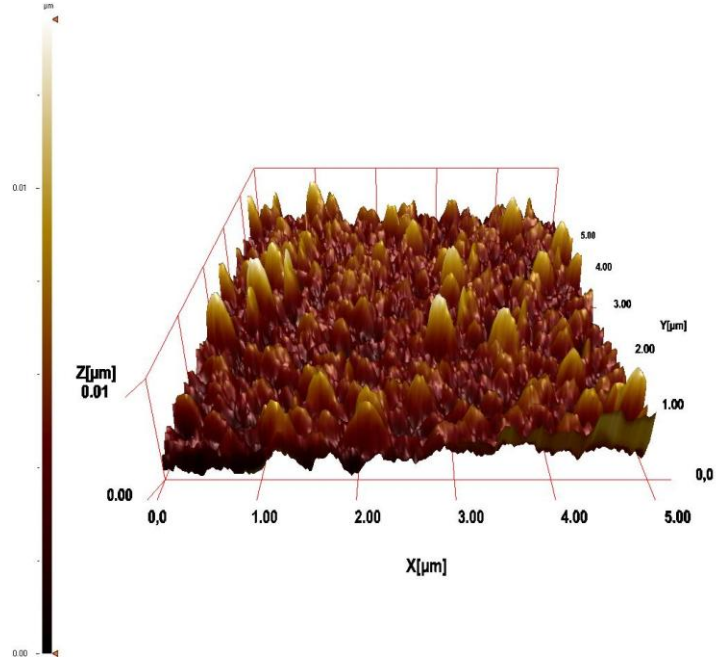
Şekil 4.34. 400°C'de tavllanmış SPT209 numunesinin AFM görüntüsü



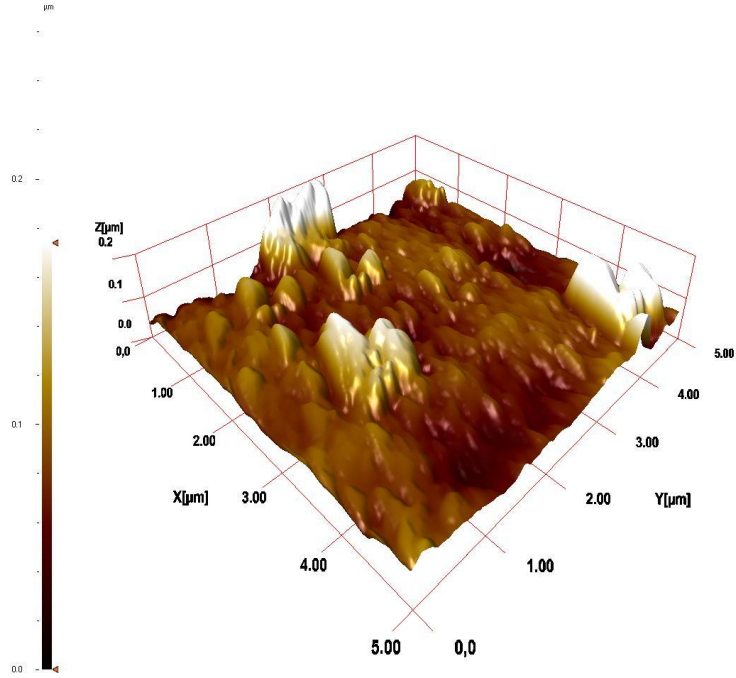
Şekil 4.35. Tavlınmamış SPT215-Si numunesinin AFM görüntüsü



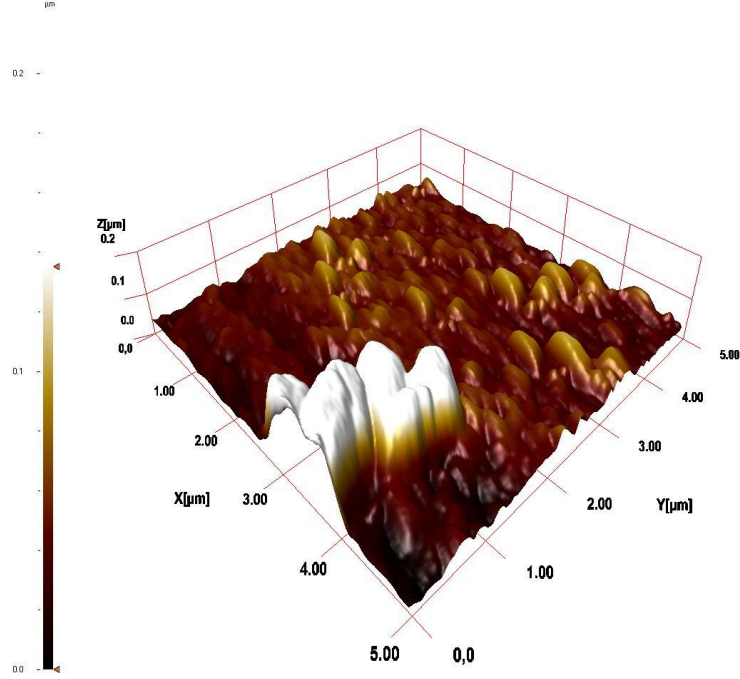
Şekil 4.36. 600°C'de tavlınmış SPT215-Si numunesinin AFM görüntüsü



Şekil 4.37. 600°C'de tavllanmış SPT215-SiO₂ numunesinin AFM görüntüsü



Şekil 4.38. Tavlınmamış SPT218 numunesinin AFM görüntüsü



Şekil 4.39. 200 ve 600°C’de tavllanmış SPT218 numunesi

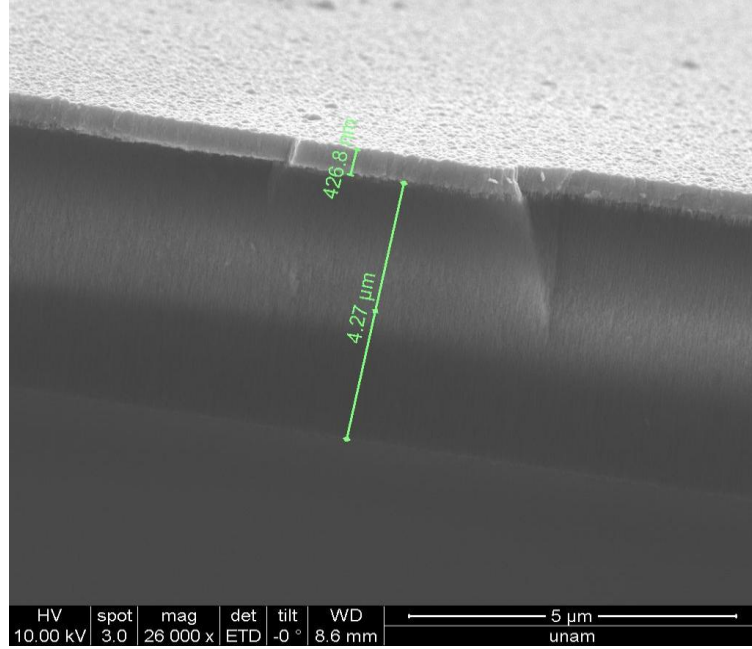
AFM analizlerine göre tavlamanın malzeme yüzeyinde ve tanecik yapıları üzerinde etkisi vardır. Kristalleşme sürecinde yüksek sıcaklıklar gerekmektedir. Cam numuneler için en uygun tavlama sıcaklığı 400°C civarı iken diğer alt taş malzemeleri için bu değer daha yüksektir (Shan *et al.* 2004).

Tavlama sıcaklığı belli bir değere kadar arttıkça kristalleşme artmakta ve pürüzlülük miktarı da sıcaklığa bağlı olarak azalmaktadır.

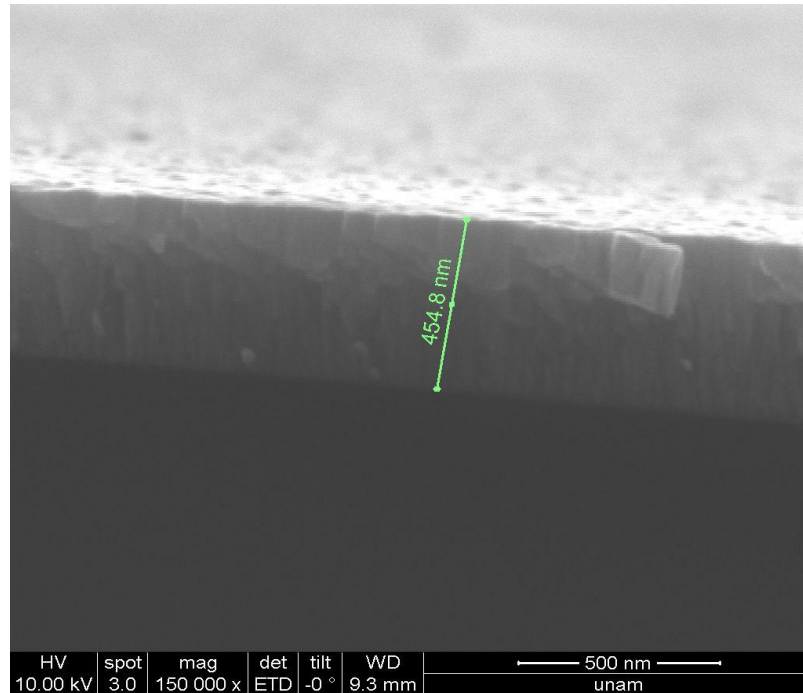
Çizelge 4.4. AFM pürüzlülük değerleri

Numune	Pürüzlülük Değeri	Birimi	Tanımı
Cam Taban	0.009355164	μm	RMS
Si-SiO ₂	0.002683556	μm	RMS
SPT 209-400	0.008981826	μm	RMS
SPT 215-Si	0.009784307	μm	RMS
SPT 215-Si-600	0.014167500	μm	RMS
SPT 215-SiO ₂ -600	0.004614796	μm	RMS
SPT 218	0.091588450	μm	RMS
SPT 218-200-600	0.064735660	μm	RMS

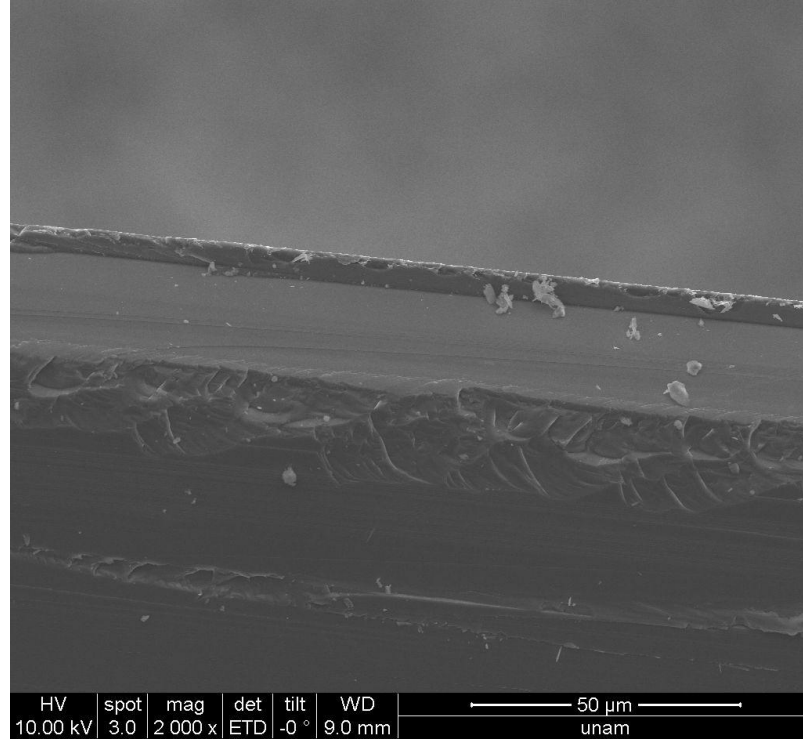
4.4. Numunelerin SEM Görüntüleri ve EDX Ölçümleri



Şekil 4.40. 200 ve 600°C’de tavllanmış SPT218 numunesi

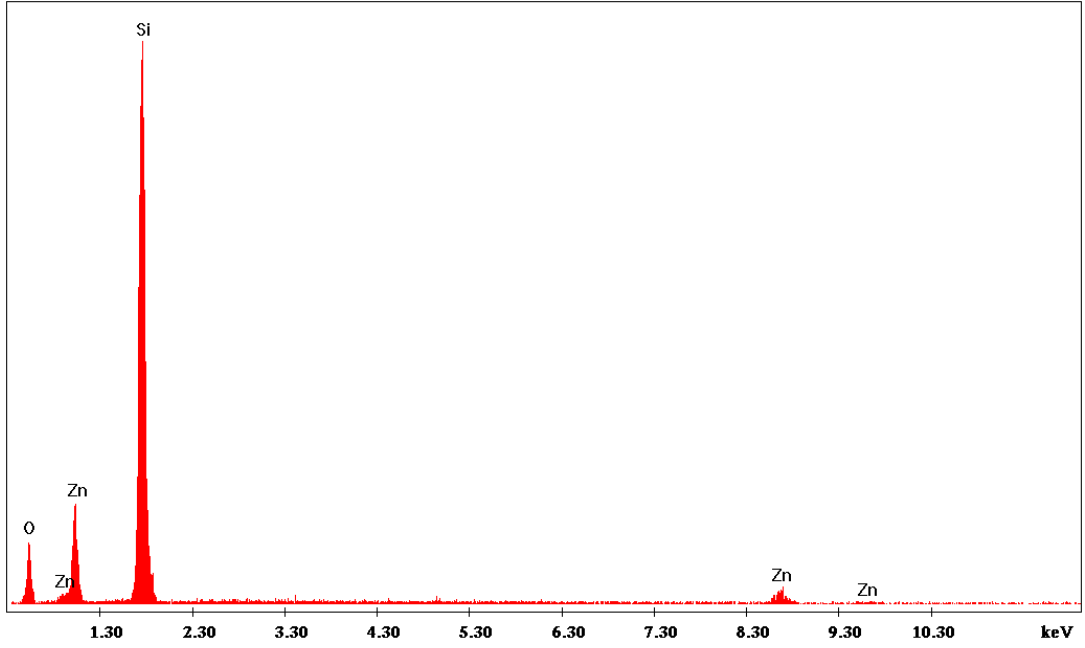


Şekil 4.41. 200 ve 600°C’de tavllanmış SPT 215 (Si) numunesi

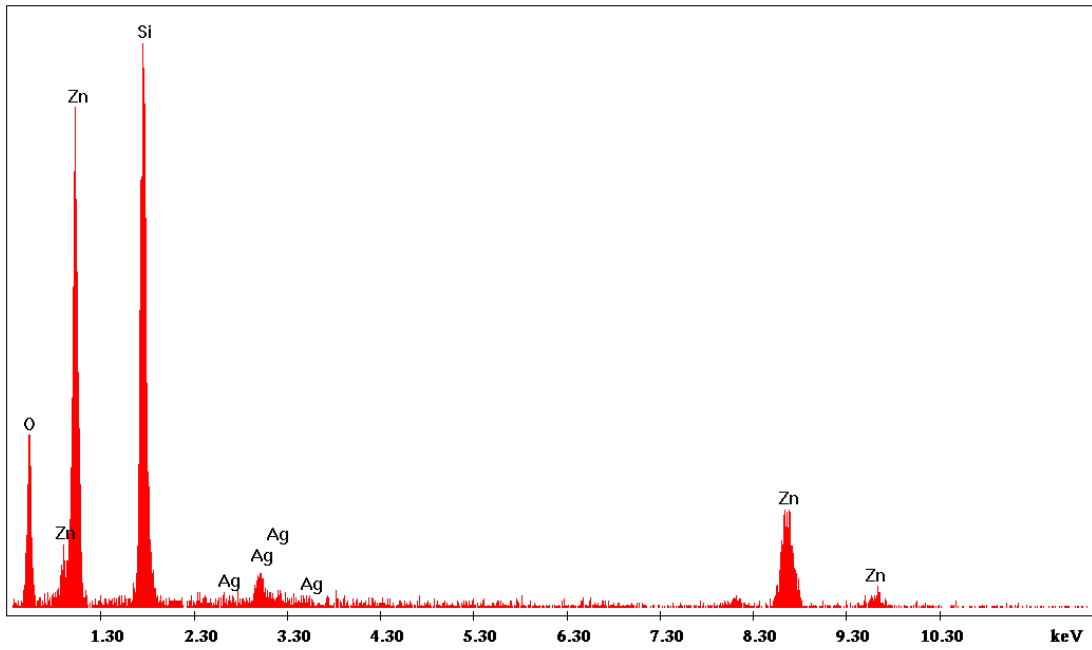


Şekil 4.42. SPT215 (SiO_2) numunesinin aygıt hali

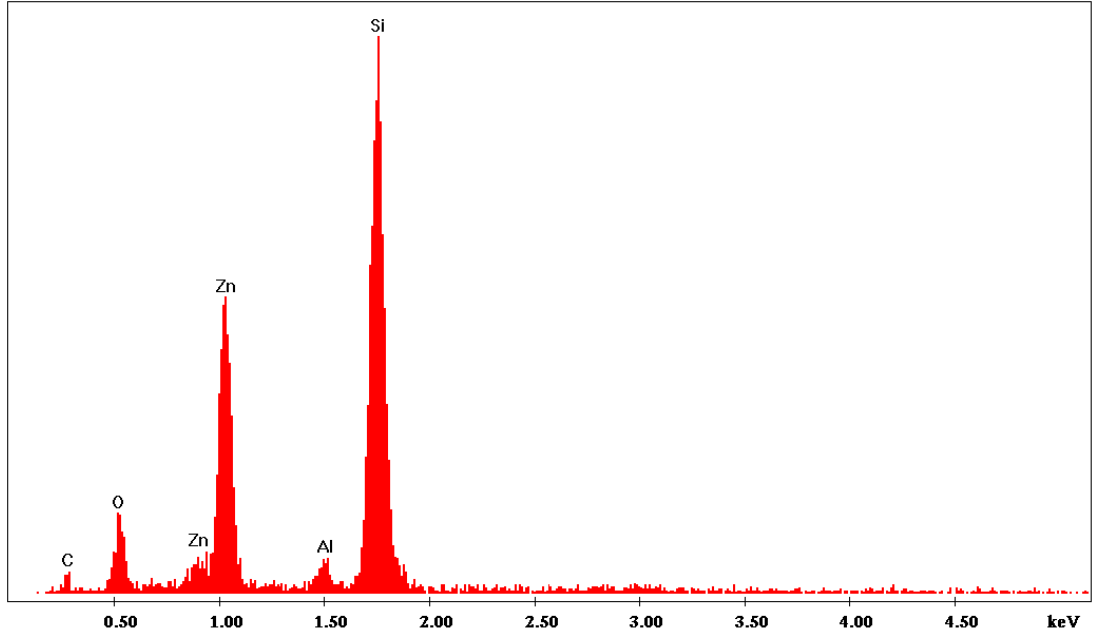
SEM görüntülerinden büyütülen ince filmlerin tabakalı yapısı görülmektedir. Gözenekli silisyum numunesine ait olan SEM görüntüsü (Şekil 4.40) yardımı ile gözenekli silisyum alt taşı üzerine büyütülen çinko oksit tabakası ve gözenekli yapı gözlemlenebilmektedir. Üç tabaka şeklinde görülen yapıda en alt kısımda ki kalın tabaka silisyum kısımdır. Silisyum üzerinde bulunan tabaka ise gözenekli kısmı gösterir ve kalınlığı da $4.27\mu\text{m}$. Gözenekli kısmın üzerinde bulunan tabaka ise çinko oksit tabakasıdır ve 426.8nm . Gözenekli silisyum örgü uyumsuzluğunu azalttığından dolayı kristalleşmenin hemen bu tabakadan sonra başladığı ve tanecik yapısının büyük olduğu SEM görüntüsünden açıkça gözlemlenebilmektedir. Silisyum alt taşı numunenin SEM görüntüsünde de (Şekil 4.41) iki tabakalı yapı görülmektedir. Alt kısımda bulunan yapı Si yapısıdır ve onun üzerindeki yapıda çinko oksit yapısıdır ve kalınlığı 454.8nm . Burada kristalleşme çok geç başlamış ve başlangıçtaki tanecik yapılarının da çok küçük olduğu görülebilmektedir. Silisyum dioksit alt taşı numunede (kırıklı yapı oluştuğundan dolayı) uygun bir görüntü alınamadı, bu sebeple net bir yorum yapılamamaktadır.



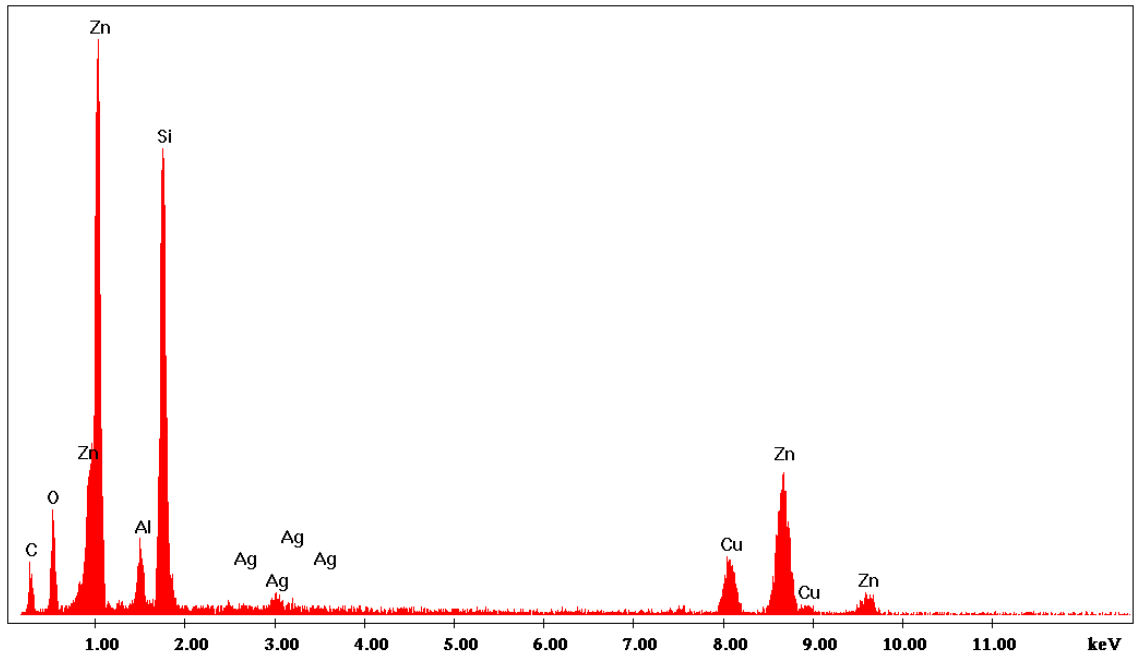
Şekil 4.43. Gözenekli Si numunesinin gözenekli bölgesindeki EDX spektrumu



Şekil 4.44. Gözenekli Si numunesinin ZnO bölgesindeki EDX spektrumu



Şekil 4.45. 200 ve 600°C de tavllanmış SPT215 (Si) numunesinin EDX spektrumu.



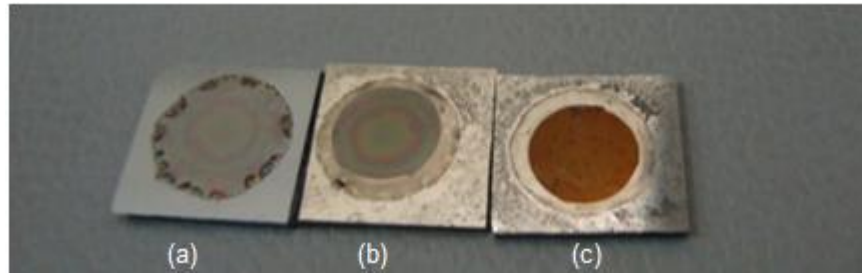
Şekil 4.46. SPT215 (SiO_2) aygıt halindeki numunenin EDX ölçümü

EDX ölçümleri sonuçlarına bakılarak numunelerin içeriğindeki malzemeler tespit edilmektedir. Gözenekli silisyum numunesinin gözenekli ve ZnO gölgelerinden alınan EDX analizlerine göre numune içerisinde çinko, oksijen ve silisyum bulunmaktadır. Bunların dışında gözlemlenen gümüş (Ag), numuneyi yapıştırmada kullanılan gümüş pastadan gelmektedir. Buna göre yapılan numunenin içeriğinde herhangi başka bir malzemenin olmadığı kanıtlanmaktadır. Gerçekten çinko oksit yapısı oluşturulduğu da gözlemlenmektedir. Si alt taşı numunenin EDX ölçümüne göre (Şekil4.45) yapı içerisinde harici olarak karbon gözlemlenmektedir ve tavlama sırasında yapı içerisinde kaldığı düşünülmektedir. SiO₂ alt taşı aygıt yapısından alınan EDX ölçümüne göre de harici olarak bakır (Cu) gözlemlenmektedir. Numune, bakır bir plakaya yapıştırıldığından oluşan bu bakır piki buradan gelmektedir.

Kısacası EDX ölçümlerine göre, oluşturulan ince film yapılarında çinko ve oksijen yapıları bulunmaktadır. EDX ölçümlerine göre her numunede Si, O ve Zn oranı diğer malzemelere göre daha fazladır ayrıca herhangi diğer malzemelere ait kirliliklere rastlanmamıştır.

4.5. Numunelerin Fabrikasyon Aşama Görüntüleri

Numunelerin, her işlem aşamasında, gelişim evrelerini göstermek amacı ile fotoğrafları çekildi. Bu amaçla çekilen fotoğraflar yardımı ile her işlem sonrasında numunenin görsel olarak nasıl bir şekle geldiği kolayca gözlemlenebilmektedir.

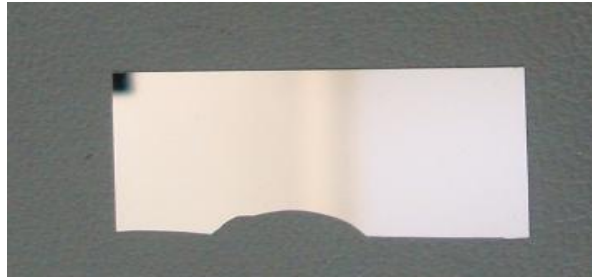


Şekil 4.47. Gözenekli Si numuneleri

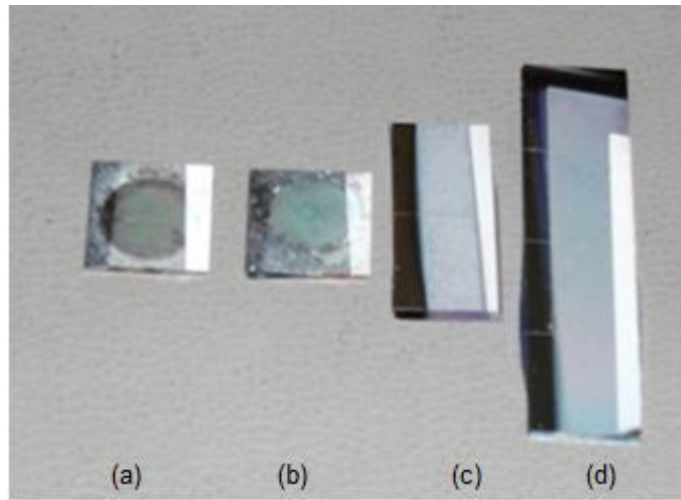
*(a) Karbonlaşmış tavllanmış, (b) Sadece tavllanmış, (c) Sadece karbonlanmış



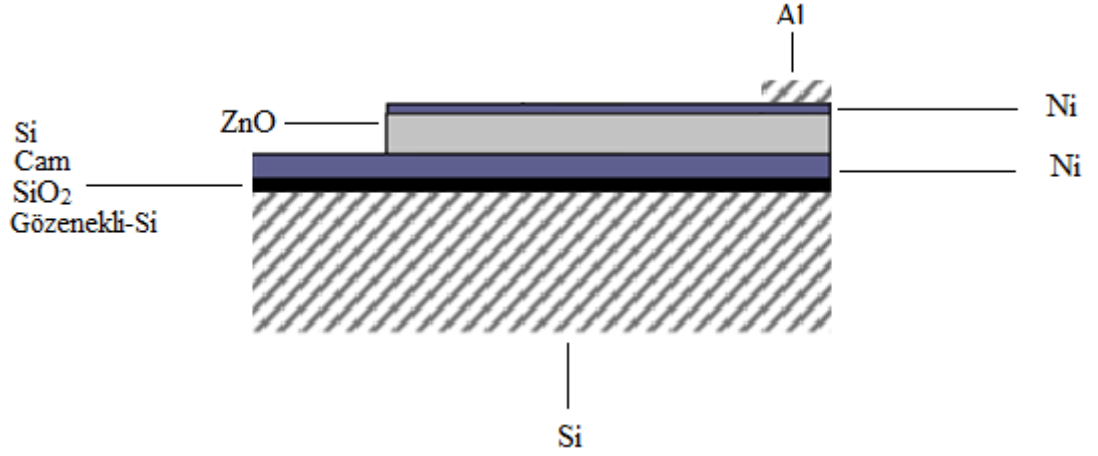
Şekil 4.48. (a) SiO_2 (b) Si numuneleri



Şekil 4.49. Cam numune
*30 dakika ZnO ve 30 saniye Zn kaplanmış



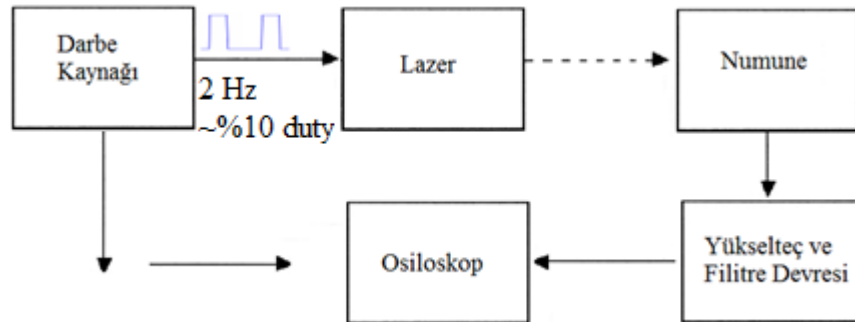
Şekil 4.50. (a) Gözenekli Si, (b) tavllanmış gözenekli-Si, (c) Si, (d) SiO_2 alt taşlı aygıtların metalizasyon sonrası görüntüleri.



Şekil 4.51. Payroelektrik dedektör yapısı

Çalışmanın son evresi sonucunda Şekil 4.51'deki yapı elde edildi. Bu yapı Si, SiO₂ ve gözenekli silisyum üzerine yapıldı. Hazırlanan her aygıt üzerine, termal buharlaştırma ile nikel kaplanarak kontak yapıldı. Nikel tabaka üzerine bu kez de sıçratma tekniği ile ZnO büyütüldü. Büyütülen ZnO üzerine tekrar diğer kontak için termal buharlaştırma ile nikel film, seçilen alanda büyütüldü. Elde edilen bu son aygıtın payroelektrik özellikleri Şekil 4.52'deki donanım ile ölçüldü.

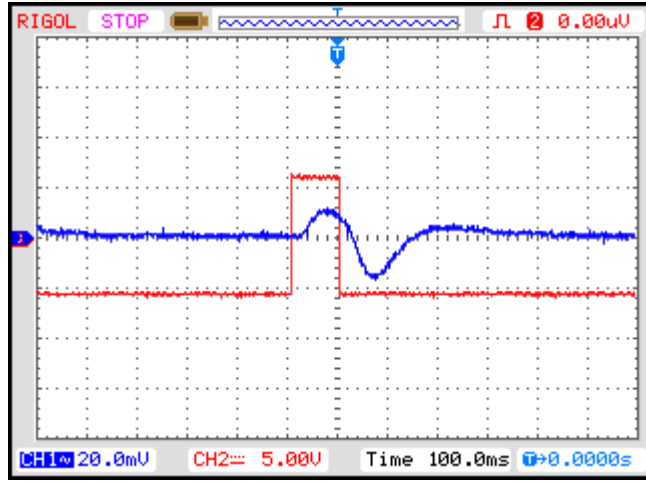
4.6. Aygıtların payroelektrik ölçümleri



Şekil 4.52. Payroelektrik ölçüm sistemi

Şekil 4.52'de görüldüğü gibi numunelerin payroelektrik ölçümleri bu ölçüm sistemi çerçevesinde yapıldı. Payroelektrik, sadece sıcaklık değişimi olduğunda meydana

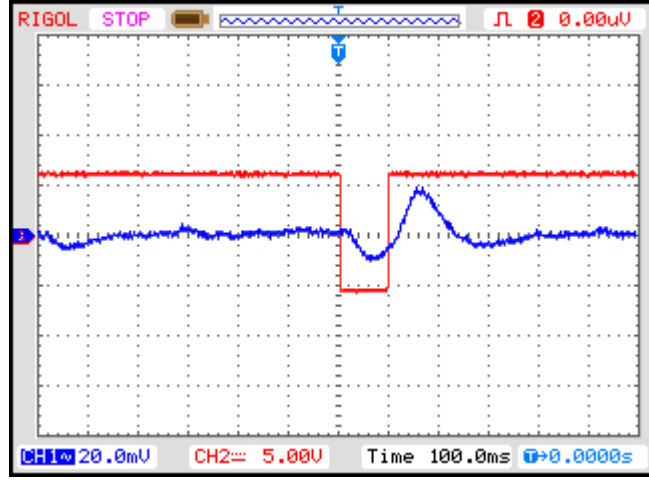
geldiğinden lazer, darbe kaynağı yardımı ile sürüldü. Her darbe periyodunda lazer, sınırlı süre ile ışınımaya başlaması sağlandı. Numune üzerine gelen bu lazer darbeleri yardımı ile elde edilen payroelektrik gerilim bir yükselteç ve filtre devresinden geçirildi. Gerilimin düşük oluşu sebebi ile yükselteç devresi kullanıldı. Dışarıdan gelen gürültüleri elimine etmek için ise filtre devresi kullanıldı. Osiloskop yardımı ile de elde edilen sinyal gözlemlendi.



Şekil 4.53. Gözenekli silisyum tabanlı aygıt

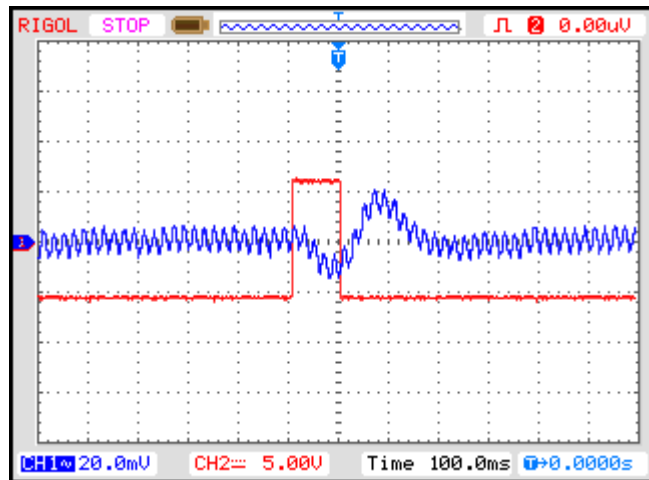
Payroelektriklik, sıcaklık değişimlerine karşı malzemenin verdiği tepkidir. Bu nedenle payroelektrik gerilim yalnızca sıcaklık değişimlerinde meydana gelmektedir. Değişim varsa payroelektrik gerilim vardır. Değişim yoksa payroelektrik gerilim sıfırdır. Bu çalışmada aygıt üzerine darbeli lazer ışını gönderilmesinin sebebi de sıcaklık değişimi oluşturmaktır. Bu açıklamaya dayanarak Şekil 4.53'te aygıtta ilk anda sinyal gönderilmemektedir (pozitif sinyal), yani aygıtın sıcaklığı sabittir. Darbe sinyali geldiğinde aygıt ısınmaya başlamaktadır ve darbe sinyalinin yükselen kenarı boyunca bu ısınma devam etmektedir. Aygıtta meydana gelen bu sıcaklık değişimi ile birlikte bir payroelektrik gerilimi oluşmaktadır. Bu gerilim, aygıtın sıcaklığının değişmeye devam ettiği sürece devam etmektedir. Darbe sinyali, tepe noktasında belli bir süre boyunca sıcaklığı yine sabit kalmaktadır. Sıcaklık değişimi olmadığından dolayı payroelektrik voltajı azalmaya başlamıştır. Darbenin sona ermesi ile lazer, ışın göndermeyi durdurmuş ve aygıt soğumaya başlamıştır. Darbenin düşen kenarı boyunca aygıt

soğumayı sürdürmüştür. Böylece aygıtta yeniden sıcaklık değişimleri meydana gelmiştir. Sıcaklık değişimleri ters işaretli olduğundan meydana gelen payroelektrik gerilim de ters yönde oluşmuştur. Darbenin sona ermesiyle aygıt sıcaklığı tekrar sabit hale gelmiştir ve bu sabitlik payroelektrik geriliminin de sıfırlanmasına neden olmuştur.

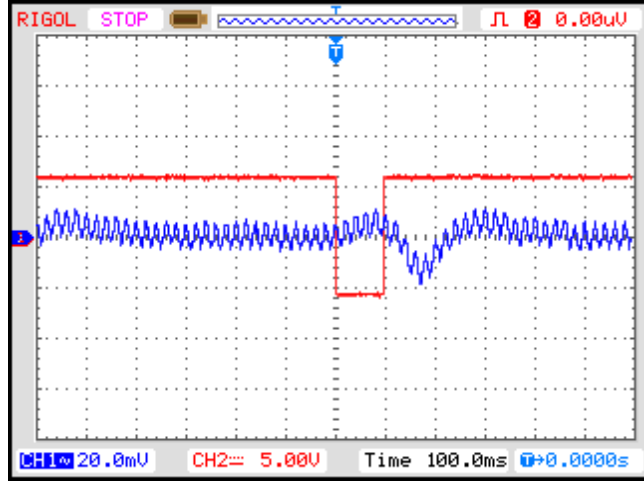


Şekil 4.54. Gözenekli silisyum tabanlı aygıt (negatif sinyal)

Aygıtlara gönderilen lazer sinyalinin ters çevrilmesi ile yani önce sinyal gönderilip (negatif sinyal) sonra kısa bir süre kesilip tekrar sinyal gönderilmesi sonucunda payroelektrik gerilim sinyalinde de ters yönde sinyal oluşumları gözlemlenmektedir.

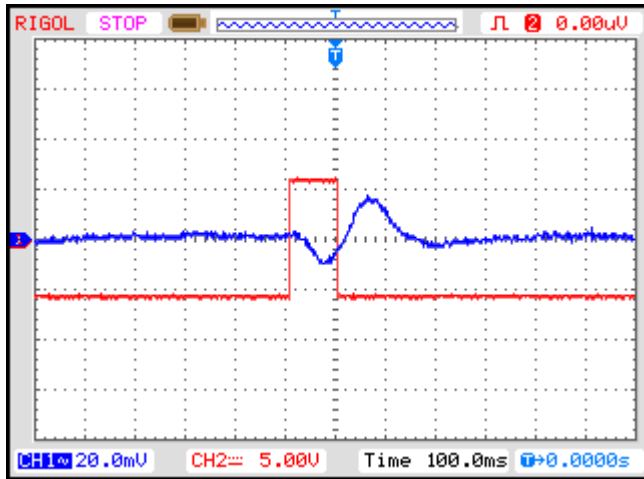


Şekil 4.55. Tavlanmış gözenekli silisyum tabanlı aygıt

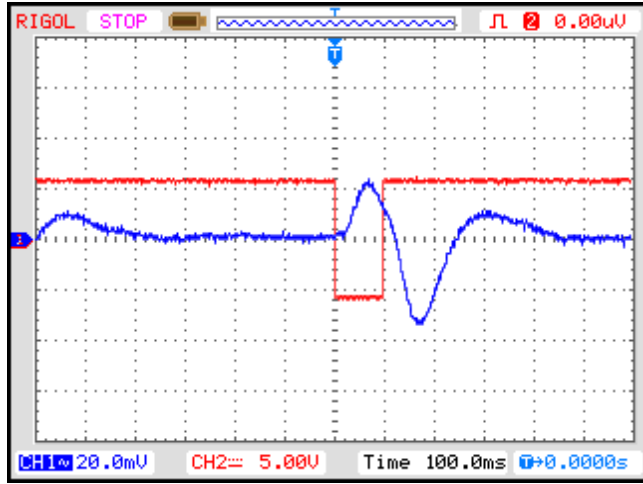


Şekil 4.56. Tavlanmış gözenekli silisyum tabanlı aygıt (negatif sinyal)

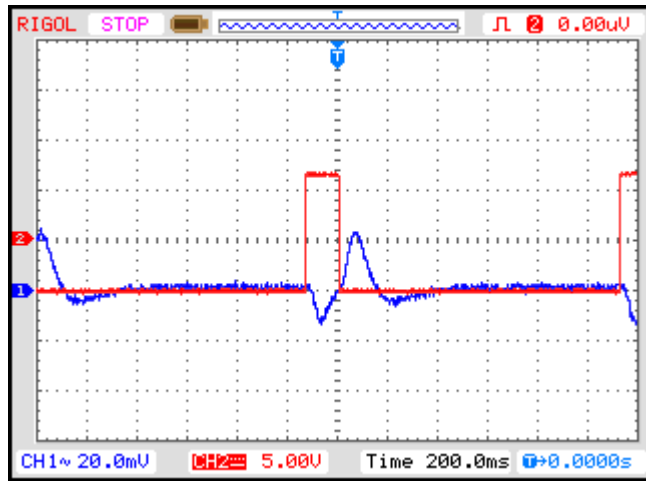
Tavlanmış gözenekli-Si aygıtında, gözenekli-Si aygıtına göre kutuplarının ters bağlanması sonucu gönderilen pozitif sinyale karşılık ters bir payroelektrik voltaj oluşmaktadır (Şekil4.55). Aynı kutup düzeneğinde negatif sinyal verilmesi ile de sinyal yönü değişmektedir (Şekil4.56). Bu sonuç kutup değişimlerinin sinyal yönünde etkili olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.57. SiO₂ tabanlı aygıt



Şekil 4.58. SiO₂ tabanlı aygıt (negatif sinyal)



Şekil 4.59. Si tabanlı aygıt

SiO₂ ve Si tabanlı aygıtlarda, tavllanmış gözenekli-Si tabanlı aygıt ile aynı kutupların kullanılması sonucu oluşan pyroelektrik sinyallerin yönleri de aynı mantık çerçevesinde oluşmuştur. Her ölçümde darbe sinyali ile pyroelektrik gerilim sinyali arasındaki faz farkı RC zaman sabitinden kaynaklanmaktadır.

5. SONUÇ

Bu çalışmada, farklı alt taşlar üzerine aynı parametrelerde çinko oksit büyütülerek oluşturulan ince filmlerin payroelektrik özellikleri incelenmiştir. Cam, Si, SiO₂ ve Gözenekli-Si alt taşlar üzerine büyütülen çinko oksit ince filmlerin yapısal ve elektriksel karakterizasyonları yapılmıştır. SEM görüntüleri gözenekli yapının ince film ile alt taş arasındaki örgü uyumsuzluğunu azalttığını göstermektedir (Komiya *et al.* 2004). Ayrıca alınan XRD ölçümlerinden oluşturulan ince filmin çinko oksit olduğu görülmüştür. Gözenekli-Si alt taş üzerine büyütülen çinko oksit ince filminin XRD analizlerine göre FWHM değeri en düşüktür. Bu değer düşük olması, ince filmin tanecik yapısının büyük olduğunu göstermektedir. Tanecik yapısı büyük olan ince film bulk halinde büyüdüğü için tek bir yapıymış gibi davranır. Alınan AFM ölçümlerine göre de oluşturulan ince filmlerin tabakalı olarak büyüdüğü gözükmektedir. SEM ve XRD analizlerine göre gözenekli silisyumun üzerine büyüyen çinko oksidin ilk tabakadan itibaren büyük tanecikler halinde (002) yönelim gösterdiği gözlemlenmektedir. Numunelerin optik geçirgenlik ölçümleri yardımı ile hesaplanan yasak enerji aralıklarının yaklaşık olarak eşit olması da yasak enerji aralığının tavlama ve alt taşa bağlı olmadığını açıkça göstermektedir.

Bu çalışma sonucunda elde edilen payroelektrik aygıtların her alt taş üzerindeki ince film yapısının payroelektrik özellikte olduğu elde edilen payroelektrik voltaj sinyallerinden kanıtlanmaktadır. Sıcaklık değişimlerinde payroelektrik gerilim üreten payroelektrik aygıtlar arasında kesin bir kıyas yapmak bu koşullarda pek mümkün olmamaktadır. Kesin bir kıyas yapılabilmesi için aygıtların payroelektrik katsayılarının hesaplanması gerekir. Bunun için kapasite ve direnç ölçümleriyle birlikte sıcaklık kontrolü gerekmektedir. Aynı numuneler üzerinde payroelektrik katsayısı hesabı için çalışmalar devam etmektedir.

KAYNAKLAR

- Arab, E.R., Fong, D., Lacroix, U.H., Travish, G., Vartanian, N., Initial Results On Electron Beam Generation Using Pyroelectric Crystals, Proceedings of IPAC'10. THPD046.
- Ayers, J.E., 2007. Heteroepitaxial Growth. Heteroepitaxy Of Semiconductors. University of Connecticut Storrs, CT, U.S.A. 75-104.
- Blanchard, C.H., 1996. Atomic Force Microscopy. Journ. Springer, 1, 5.
- Blank, D.H.A., Doeswijk, L.M., Karakaya, K., Koster, G. and Rijinders, G., 2004. Pulsed Laser Deposition Of Dielectric. High-Gate Dielectrics, , B. Cantor, M.J. Goringe. Silikon Processing And Device Technology Division IMEC, Belgium, 89-122.
- Breiland, W. G., Coltrin M.E., Creighton J.R., Hou H.Q., Moffat, H.K. and Tsao, J.Y., 1999. Organometallic Vapor Phase Epitaxy. Material Science and Engineering R-Reports, 24 (6), 241-274.
- Bushan, S., 2004. Zinc Oxide. Handbook of Electroluminescent Materials, D.R. Vij. School of Studies in Physics, Pt. Ravishankar Shukla University, Raipur, India, 217-243.
- Boyd, I. and Chrisey, D.B., 2004. Pulsed Laser Deposition Of Thin Films. Handbook of Laser Technology and Applications, Colin E Webb, Julian D C Jones, Institute of Physics Publishing Bristol and Philadelphia, England, 1705-1720.
- Campbell, S.A. and Smith, R.C., 2004. Chemical Vapour Deposition. High-K Gate Dielectrics, B. Cantor, M.J. Goringe. Silikon Processing And Device Technology Division IMEC, Belgium, 65-88.
- Cottone, F., 2007. Nonlinear Piezoelectric Generators for Vibration Energy Harvesting. PhD, thesis
- Dogrukol, S., 2002. Piezoelektrik Malzemelerin Bünye Denklemleri. MS thesis, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta.
- Davey, J.E. and Pankey, T.J., 1968. Epitaxiel GaAs Films Deposited By Vacuum Evaporation. Journal Of Applied Physics, 39, 1941(8 pages).
- Evcin, A., 2006. Kaplama Teknikleri Ders Notları. Kocatepe Üniversitesi, 46, Afyonkarahisar.
- Grubber, T., Krchner, N., Waag, A. 2002. MOCVD Growth of ZnO on Different Substrate Materials. Phys. Stat. Sol., 229, 841-844.
- Gyorgy, E., Santiso, J., Giannoudakos, A., Kompitsas, M., Mihailescu, I.N., Pantelica, D., 2005. Growth Of Al Doped ZnO Thin Films By a Synchronized Two Laser System. Applied Surface Science, 248 (1-4), 147-150.
- Guggilla, P., Batra, A.K., Currie, J.R., Aggarwal, M.D., Alim, M.A. and Lal, R.B., 2006. Pyroelectric Ceramics For Infrared Dedection Applications. Materials Letters, 60, 1937-1942.
- Hwan Yi, S. and Kim, E.S., 2002. Piezoelectric Microspeaker With Compressive Nitride Diaphragm. IEEE. 0-7803-7185-2, 260-263.
- Henini, M., 1997. MBE Growth Techniques. Thin Solid Films, Department of Physics, University of Nottingham, Nottingham NG7 2RD, UK, 331-337.
- Henini, M., 1997. Molecular beam epitaxy: from research to manufacturing. Thin Solid Films, 306. 331-337.

- Jones, L., 2004. RF Sputtering Technique. Nanomaterials Workshop, Oklahama.
- Janotti,A. and Van de Walle,C.G., 2009. Fundamentals of Zinc Oxide as a Semiconductor. Rep. Prog. Phys. 72 (12) 126501 (29pp)
- Jung, M., Lee, J., Park, S., Kim, H. and Chang, J., 2005. Investigation Of The Annealing Effects On The Structural And Optical Properties Of Sputtered ZnO Thin Films. Journal Of Crystal Growth, 283, 384-389.
- Karacalı,T., 2003.Darbeli Anodizasyon Tekniği ile Gözenekli Si ve Gözenekli Si Tabanlı Fabry-Perot Yapılarının Üretimi: Yapısal ve optik özelliklerinin İncelenmesi. Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- Karacalı,T. and Çiçek,K., 2011.Strong White Light Emission From a Processed Porous Silicon and İts Photoluminescence Mechanizm. Journal of Luminescence,131,2100-2105.
- Klingshirn,C., Fallert,J., Zhou,H., Sartor,J., Thiele,C., Maier-Flaig,F., Schneider,D. And Kalt,H., 2010. 65 Years of ZnO Research- Old and Very Recent Result.Physical Status Solidi B, 247(6), 1424-1447.
- Kitamura, K., Hatano, H., Takekawa, S., Schütze, D. and Aono, M., 2010. Large pyroelectric Effect İn Fe-Doped Lithium Niobate Induced By a High-Power Sort-Pulse Laser. Applied Physics Letters, 97 (8), 082903.
- Kim,K.S., Kim,H.W. AND Lee,C.M., 2003 Effect of Growth Tempereture on ZnO Thin Film Deposited on SiO₂ Substrate. Material Science and Engineering,B98,135-139
- Kim,K.S., Kim,H.W. and Kim,N.H.,2003. Structural Characterization of ZnO Films Grown On SiO₂ by the Magnetron Sputtering. Physica B, 334,343-346.
- Komiyama,J., Abe,Y., Suzuki,S. and Nakanishi,H., 2004. Preparation Of Cubic Silicon Carbide With Smooth Surface on Carbonized Porous Silicon. Fall Meeting Of The Electro Chemical Society, 6, 142-149.
- Molarius,J., Kaitila,J., Pensala,T. and Ylilammi,M., 2003. Piezoelectric ZnO Films By R.F. Sputtering. Journal Of Material Science: Materials In Electronics, 14,431-435.
- Myung, J.H., Kim, N.H., Kim, H.W., 2005. Structural Properties Of Sputter-Deposited ZnO Thin Films Depending On The Substrate Materials. Material Science Forum. 475-479, 1825 (5 pp).
- Moore, D. M. and R. C. Reynolds, Jr. 1997. X-Ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals. 2nd Ed. Oxford University Press, New York.
- Naganuma, M. and Takahashi, K., 1975.Ionized ZN doping Of Gaas Molecular-Beam Epitaxial Films. Applied Physics Letters, 27 (6), 342-344.
- Nakano, T., Tanehira, T., Ishitani, K. and Nakao, M., 2009. Growth Of ZnO Epitaxial Film Using 3C-SiC Substrate With Buried Insulating Layer. Japanese Journal Of Applied Physics, 48 (4), 041106
- Nuffer, J., Bein, T.,2006. Aplication of Piezoelectric Materials in Transportation Industry. Global symps on innovtv solutns fort he advancement of transport industry,San Sebastian,Spain
- Özgür,Ü.,Alioviv,Ya.I., Liu,C., Teke,A., Reshchikov,M.A., Doğan,S., Avrutin,V., Cho,S.J. and Markoç.H., 2005. A Comprehensive Review of ZnO Materials and

- Devices. *Journal of Applied Physics*, **98**, 041301 (2005); doi:10.1063/1.1992666 (103 pages)
- Phillips, J.R., 2004. *Piezoelectric Technology Primer* (CTS Wireless Components). Albuquerque, New Mexico.
- Shaoqiang, C., Jian, Z., Xiao, F., Xiaohua, W., Laiqiang, L., Yanling, S., Qingsong, X., Chang, W., Jianzhong, Z., Ziqiang, Z., 2005. Nanocrystalline ZnO Thin Films on Porous Silicon/Silicon Substrates Obtained by Sol-Gel Technique. *Applied Surface Science*, 241, 384-391.
- Sayago, I., Alexandre, M., Martinez, A., Fernandez, M.J., Santos, J.P., Gutierrez, J., Gracia, I. and Horrillo, M.C., 2004. Structural Studies Of Zinc Oxide Films Grown By RF Magnetron Sputtering. *Synthetic Metals*, 148, 37-41.
- Shan, F.K., Liu, Z.F., Sohn, J.Y., Shin, B.C., Yu, Y.S., Kim, S.C., Li, Y.X., 2004. Epitaxial Growth and Optimization of ZnO Films by Pulsed Laser Deposition. *Journal Of The Korean Physical Society*, 44 (5), 1123-1127.
- Razeghi, M., 2010. *The MOCVD Challenge*. CRC Press; 2 edition, 799, U.S.A.
- Wiesendanger R., 1994. Contributions Of Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy To The Investigation And Fabrication Of Nanometer Scale Structures, *Journal Of Vacuum Science & Technology B*, 12 (2), 515-529.
- Wang, Q.P., Zhang, D.H., Ma, H.L., Zhang, X.H. and Zhang, X.J., 2003. Photoluminescence of ZnO films prepared by r.f. sputtering on different substrates. *Applied Surface Science*, 220, 12-18.
- Xu, X.L., Rajapakse, R.K.N.D., 1999. Analytical Solution For An Arbitrarily Oriented Void Crack And Fracture Of Piezoceramics. *Acta Materialia*, 47 (2), 1735-1747.
- Yaman, Y., Çalışkan, T., Nalbantoğlu, V., Ülker, F.D., Prasad, E., 2002. Akıllı Yapıların Havacılık ve Uzay Mühendisliğindeki Uygulamaları. *Savunma Teknolojileri Kongresi*, Ankara
- Yang, Jiashi., 2006. *Analysis of Piezoelectric Devices*. World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd, 537, USA
- Yoshino, Y., Ushimi, Y., Yamada, H. and Takeuchi, M., 2010. Zinc Oxide Piezoelectric Thin Films For Bulk Acoustic Wave Resonators. *Murata Manufacturing Co., Ltd.*, 2-26-10, Tenjin, Nagaoka-kyo, Kyoto, Japan.

ÖZGEÇMİŞ

Kenan ÇİÇEK 1984 yılında Erzurum'da doğdu. İlköğretiminin ilk beş yılını Deliktaş İlköğretim okulunda, kalan üç yılını da Oltu ilköğretim okulunda tamamladı. Orta öğretimini Oltu Anadolu lisesinde tamamladı. 2004 yılında Niğde Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Elektrik-Elektronik Bölümünü kazandı. Birinci yılın sonunda yatay geçişle Atatürk Üniversitesine geçti ve kalan öğrenimini burada tamamladı. 2009 yılında Servis Net. A.Ş adına Türk Telekom A.Ş.'de teknik destek mühendisi olarak çalıştı. Aynı yıl Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Elektrik-Elektronik Bölümünde yüksek lisans öğrenimine başladı. 2010 yılında Ardahan Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Elektrik-Elektronik Bölümünde Araştırma Görevlisi kadrosu aldı. Hâlâ Ardahan Üniversitesi'nde devam etmektedir.